P. 11

annales de technologie agricole

CENTRE NATIONAL DE RECHERCHES AG... SERVICE DE DOCUMENTATION ... 1973 ... VERSAILLES

Trimestriel

1973

Vol. 22 . N° 1

inra

INSTITUT NATIONAL DE LA RECHERCHE AGRONOMIQUE

Ann. Technol. agric. ATAPAA 22 (1) 1-74 (1973).

INSTITUT NATIONAL DE LA RECHERCHE AGRONOMIQUE

149, rue de Grenelle, 75007 PARIS Tél. : 551-41-09.

Directeur général : J.-M. SOUPAULT

Directeur général adjoint : J. POLY

Inspecteurs généraux : E. BILIOTTI, P. BOUVAREL, A. CAUDERON, G. FAUCONNEAU, R. FÉVRIER, P. MORNET, R. PÉRO, J. REBISCHUNG

Rédaction des Annales

Pour l'ensemble des Séries : J. POLY

Annales agronomiques.

— M. HALLAIRE, Chef du Département de Bioclimatologie, C. N. R. A.
— S. HÉNIN, Chef du Département d'Agronomie, C. N. R. A.

Annales de l'Amélioration des Plantes.

— A. CAUDERON, Inspecteur général de la Recherche agronomique.

Annales de Phytopathologie.

— H. DARPOUX, Chef du Département de Pathologie végétale, C. N. R. A.

Annales de Zoologie - Écologie animale.

— E. BILIOTTI, Inspecteur général de la Recherche agronomique.

Annales de Zootechnie.

— A.-M. LEROY, Professeur honoraire à l'Institut national agronomique.
— A. RÉRAT, Chef du Département de Nutrition, C. N. R. Z.

Annales de Technologie agricole.

— P. DUPUY, Chef du Département de Technologie des Produits végétaux, 21034 Dijon Cedex.
— A. GUILBOT, Directeur de la Station de Biochimie et Physico-Chimie des Céréales et de leurs Dérivés, C. E. R. D. I. A., Le Noyer-Lambert, 91300 Massy.
— G. MOCQUOT, Chef du Département de Technologie des Produits animaux, C. N. R. Z.

Annales de Biologie animale, Biochimie, Biophysique.

— G. FAUCONNEAU, Inspecteur général de la Recherche agronomique.
— A. FRANÇOIS, Directeur de Recherche à l'I. N. R. A., Directeur du Centre national de Coordination des Études et Recherches sur la Nutrition et l'Alimentation.
— C. THIBAULT, Chef du Département de Physiologie animale, C. N. R. Z.

Annales des Sciences forestières.

— P. BOUVAREL, Inspecteur général de la Recherche agronomique, Chef du Département de Recherches forestières, C. N. R. F.
— J.-P. CHESNEAU, École nationale du Génie rural, des Eaux et des Forêts, 54000 Nancy.
— J. PARDÉ, Directeur de la Station de Sylviculture et de Production, C. N. R. F.

Annales de Génétique et de Sélection animale.

— P. MÉRAT, Directeur de la Station de Génétique factorielle, C. N. R. Z.
— B. VISSAC, Chef du Département de Génétique animale, C. N. R. Z.

Apidologie (Revue franco-allemande, co-édition I. N. R. A.-Deutscher-Imkerbund).

— J. LOUVEAUX, Directeur de la Station de Recherches sur l'Abeille et les Insectes sociaux 91440 Bures sur Yvette.

Annales de Recherches vétérinaires.

— P. MORNET, Inspecteur général de la Recherche agronomique.

Annales d'Hydrobiologie.

— R. FÉVRIER, Inspecteur général de la Recherche agronomique.
— C. THIBAULT, Chef du Département de Physiologie animale, C. N. R. Z.
— R. VIBERT, Chef du Département d'Hydrobiologie, 64200 Biarritz.

Annales d'Économie et de Sociologie rurales.

— M. MAZOYER, Département d'Économie et de Sociologie rurales.

ADMINISTRATION ET SECRÉTARIAT DE LA RÉDACTION :

Services des Publications de l'I. N. R. A., route de Saint-Cyr, 78000 VERSAILLES, Tél. : 950-75-22

annales de technologie agricole

annales de technologie agricole

Trimestriel

1973

Vol. 22 . N° 1

INSTITUT NATIONAL DE LA RECHERCHE AGRONOMIQUE

Reproduction, même partielle, interdite sans autorisation des auteurs
et de l'Institut national de la Recherche agronomique
à l'exception des résumés

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (1), 1-20.

ÉTUDE EXPÉRIMENTALE DE L'INFLUENCE DU CHAUFFAGE DES RAISINS SUR LA VINIFICATION

P. MARTINIÈRE et J. RIBÉREAU-GAYON

Institut d'Œnologie de Bordeaux,
351, Cours de la Libération,
33400 Talence

RÉSUMÉ

Cette étude a pour but d'approfondir certains aspects (moins bien connus que la destruction des oxydases ou l'extraction de la matière colorante) de la vinification des raisins rouges après chauffage à 70°C. On a suivi l'évolution des polyphénols colorés et incolores au cours du chauffage, au cours de la fermentation des raisins, enfin au cours de la conservation des vins. Les vins issus de raisins chauffés restent plus riches même après plusieurs années de conservation. D'autre part, l'extraction plus complète d'autres constituants, tels les composés azotés ou l'acide tartrique, provoque des modifications dans la composition des moûts (par conséquent des caractères des vins et des précipitations dont ils sont le siège), un accroissement du nombre des cellules de levures vivantes, une désacidification par fermentation malolactique plus facile des vins. Enfin l'addition d'enzymes pectolytiques peut apporter une amélioration de la clarification des vins obtenus après chauffage des raisins.

Mots clés : *raisin, chauffage de la vendange, polyphénols, clarification, enzymes pectolytiques.*

I. — INTRODUCTION

La vinification à partir de raisins rouges chauffés selon diverses techniques fait, depuis quelques années, l'objet de nombreux travaux envisageant les divers aspects de la question. Parmi les plus récents, nous citerons Rankine (1964), Guinot et Menoret (1965), Biol et Siegrist (1966), Léglise (1966), Marteau (1966), Marteau et Olivieri (1966), Olivieri (1966), Segal-Brad (1966), Sudraud (1966), Vivien (1966), Biol (1967), Demeaux et Bidan (1967), Dimotaki-Kourakou (1967),

Feuillat et Bergeret (1967), M. Flanzy (1967), Bujard (1968), Cordonnier et Dugal (1968), Mayer et Vetsch (1968), C. Flanzy et Bénard (1969), Martinière et Ribéreau-Gayon (1969), Schmidt (1969), Cordonnier (1970), Marteau (1970), Olivieri (1970), Tanner (1970), Coulon (1971), C. Flanzy *et al.* (1971), Taguena (1971), Barre (1972), Bénard (1972), Loinger et Rosenthal (1972), Martinière et Ribéreau-Gayon (1972), Milisavljević (1972), Tullio Da Rosa (1972), Wagner (1972).

Il est difficile, dans l'état actuel de la question, de donner dans le cours du mémoire des références antérieures se rapportant d'une manière précise à tel essai décrit. Cependant, nous avons essayé de répondre à ce souci.

L'incitation à ces études réside dans des avantages certains : destruction des enzymes oxydatives apportées par les raisins pourris, diffusion plus complète des composés phénoliques, possibilité d'obtenir des vins rouges souples par fermentation du moût séparé, contrôle plus aisé de la température, fermentations alcoolique et malolactique plus rapides et plus complètes... La bibliographie du sujet comprend donc un grand nombre d'articles, dont nous croyons prématuré d'établir une synthèse un peu précise, même sur des points limités.

Pour notre part, notre objectif jusqu'à maintenant a été seulement de tenter de saisir l'allure des phénomènes observés dans des conditions qui ne peuvent pas être définies avec plus de précision que ne peut l'être la matière première elle-même (nous ne sommes évidemment pas dans le domaine de la chimie pure), mais avec le souci constant de comparer une vinification de raisins chauffés et une vinification normale à partir de raisins identiques. C'est là ce qui nous a paru essentiel dans ce genre de travail.

II. — MATÉRIELS UTILISÉS ET TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

Une telle identité des conditions initiales indispensable à la conduite d'essais comparatifs imposait d'expérimenter sur des volumes réduits (cuves de 8 hl) et avec un matériel de chauffage approprié, en l'espèce une cuve en acier émaillé de 6 hl, munie d'une double enveloppe où circulait de l'eau à 100°C et d'un agitateur homogénéisant constamment la température de toute la masse. Le refroissement était obtenu par une circulation d'eau froide dans la chemise ou par vidage de la cuve dans des comportes et refroidissement spontané. Ce procédé a l'inconvénient de réaliser un chauffage assez lent (1 h 30 pour atteindre 70°C), mais il nous était imposé par la nécessité d'avoir toujours des témoins et par le souci de multiplier le nombre d'essais et de comparaisons. L'allure des phénomènes observés dans ces comparaisons est brièvement représentée par des courbes ou des tableaux se rapportant à des essais particuliers, choisis entre d'autres dont les résultats étaient du même ordre.

Nous avons utilisé des raisins de *Merlot*, de *Malbec* ou de *Cabernet-Sauvignon*, sains ou pourris suivant les années ou les conditions des expériences à effectuer. Il n'y a eu sulfitage dans aucun essai. Sauf indications contraires, les analyses ont été effectuées un mois après la fin des fermentations.

Les méthodes de dosage utilisées ont été les suivantes :

— *intensité colorante* : somme des densités optiques à 520 nm et à 420 nm, mesurées sous un millimètre d'épaisseur (Sudraud, 1958);

— *teinte* : rapport de la densité optique mesurée à 420 nm à la densité optique mesurée à 520 nm sous un millimètre d'épaisseur (Sudraud, 1958);

— *anthocyanes* : différence des densités optiques mesurées à 520 nm sous un centimètre d'épaisseur à deux pH (0,6 et 3,5) ; les résultats sont exprimés en mg par litre d'anthocyanes à partir d'une courbe témoin (Stonestreet, 1965);

— *leucoanthocyanes* : différence des densités optiques mesurées à 550 nm sous un centimètre d'épaisseur avant et après hydrolyse des leucoanthocyanes en anthocyanes par chauffage en milieu acide ; les résultats sont exprimés en grammes par litre de leucoanthocyanes à partir d'une courbe témoin obtenue en utilisant les leucoanthocyanes extraits du Pin maritime (STONESTREET 1965);

— *indice de permanganate* : nombre de milliéquivalents par litre de permanganate 0,01 N nécessaires pour oxyder les composés phénoliques (RIBÉREAU-GAYON et MAURIÉ, 1958);

— *indice de* Folin : oxydation des substances à fonction phénol par un mélange d'acide phosphotungstique et d'acide phosphomolybdique ; l'indice de Folin est la densité optique mesurée à 700 nm sous une épaisseur de un centimètre multipliée par 200, le vin étant dilué au 1/10 (P. RIBÉREAU-GAYON, 1970);

— *indice à 280 nm* : cette absorption, due aux cycles benzéniques, est proportionnelle à la concentration en substances phénoliques du vin ; on l'obtient en multipliant par 100 la densité optique du vin dilué au 1/100 sous un centimètre d'épaisseur (FLANZY et POUX, 1958 ; P. RIBÉREAU-GAYON 1958, 1970) ;

— *azote total* : méthode de Kjeldahl, transformation de l'azote organique en sulfate d'ammonium par attaque sulfurique suivie d'une distillation de l'ammoniac;

— *azote ammoniacal* : déplacement par la magnésie et distillation de l'ammoniac ;

— *azote aminé* : méthode de Sörensen, blocage de la fonction amine par le formol, suivi d'un dosage acidimétrique ;

— *acide tartrique* : précipitation et séparation du racémate de calcium suivies d'un dosage manganimétrique.

Ces dernières méthodes sont décrites dans *Analyse et Contrôle des Vins* de J. RIBÉREAU-GAYON et PEYNAUD (1958).

— *numération des cellules de levures vivantes* : ensemencement de moût gélosé avec le milieu à étudier à différentes dilutions et numération des colonies développées au bout de quarante-huit heures.

III. — RÉSULTATS. DISCUSSION

A. — *Action du chauffage sur la composition du vin en composés phénoliques*

1. *Composés colorés.*

Au cours d'une vinification classique par fermentation du moût en présence des pellicules, la matière colorante diffuse dans le liquide par la mort de leurs cellules. Le taux d'anthocyanes atteint un maximum en général vers le quatrième jour, et l'intensité colorante vers le cinquième jour. A partir du sixième jour, on assiste à une diminution de ces deux grandeurs, due à une fixation des composés sur les parties solides.

Dans le cas d'un traitement thermique des raisins rouges foulés, la température de 70°C doit être atteinte dans la phase liquide et maintenue pendant une demi-heure au moins pour obtenir un effet notable sur la dissolution de la matière colorante, car la température de la masse solide est nettement inférieure. La figure 1 montre que le chauffage à 40°C n'apporte aucun changement dans la dissolution des composés phénoliques. Il faut atteindre 60°C pour obtenir un accroissement notable ; aux environs de 80°C, température maximale que l'on peut pratiquement atteindre, à un accroissement de température ne correspond plus qu'une augmentation faible de la couleur. Ceci ne signifie pas que l'extraction est vraiment totale à 80°C.

Dans l'essai représenté par la figure 1, cette extraction était caractérisée par un

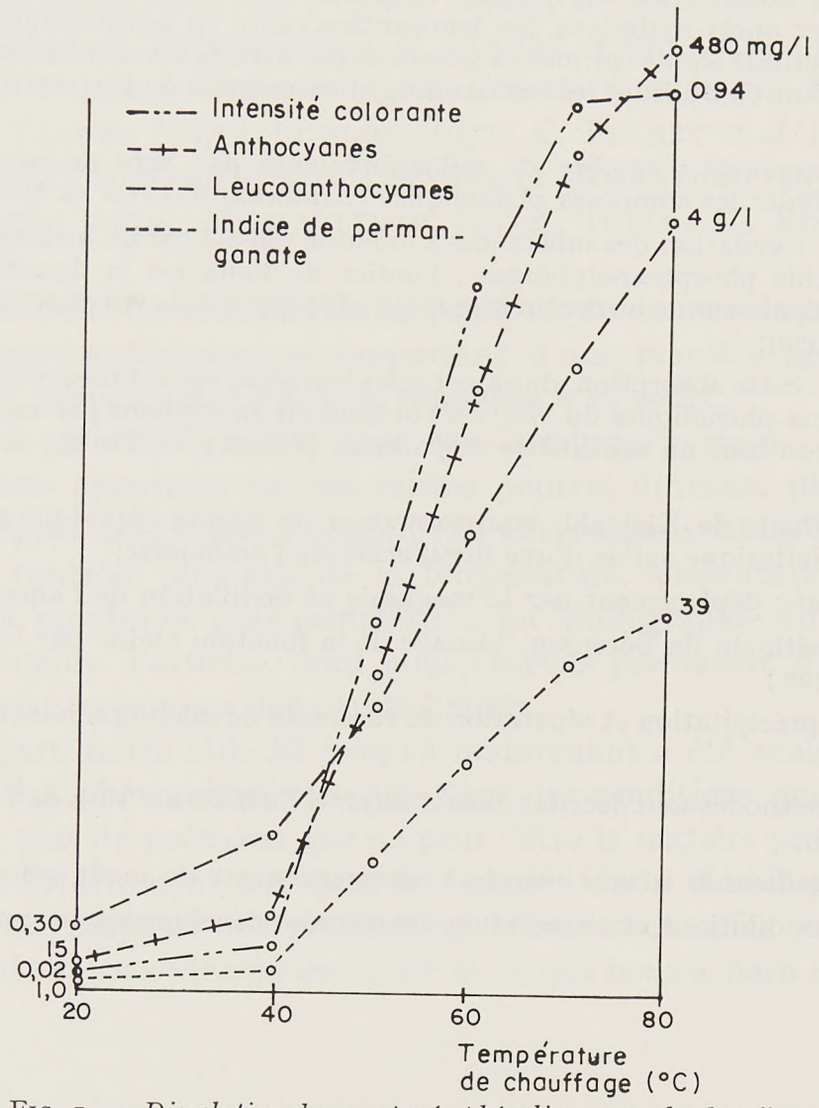


FIG. 1. — *Dissolution des composés phénoliques par le chauffage*

indice de permanganate de 39, une intensité colorante de 0,94 (densité optique), un taux d'anthocyanes de 480 mg par litre et un taux de leucoanthocyanes de 4 g par litre du moût obtenu.

Ainsi, après chauffage, le moût présente une intensité colorante et un taux d'anthocyanes importants, qui augmentent sensiblement par le pressurage (dans le cas d'une fermentation sans macération). Mais, après le départ en fermentation, on observe une diminution régulière qui se poursuit à peu près jusqu'à disparition des sucres fermentescibles. Plusieurs mécanismes peuvent intervenir : une précipitation des anthocyanes par condensation après hydrolyse des anthocyanosides au cours du chauffage, une combinaison anthocyanes-protéines s'ajoutant à la réduction des composés colorés.

Finalement, lors du décuvage, malgré cette perte de couleur, les intensités colorantes et les taux d'anthocyanes des vins issus de vendanges chauffées restent supérieurs aux intensités colorantes et aux taux d'anthocyanes des vins issus de vinifications classiques, comme le montre la figure 2. Ce résultat final confirme la plupart des résultats antérieurs (RANKINE, 1964 ; SUDRAUD, 1964 ; MARTEAU et OLIVIERI, 1965, 1966 ; LÉGLISE, 1966 ; MARTEAU, 1966, 1970 ; OLIVIERI, 1966 ; VIVIEN, 1966 ; BIOL, 1967 ; DIMOTAKI-KOURAKOU, 1967 ; FLANZY, 1967 ; FLANZY et BÉNARD, 1969 ; CORDONNIER, 1970 ; FLANZY, BÉNARD et BOURZEIX, 1971, 1972 ;

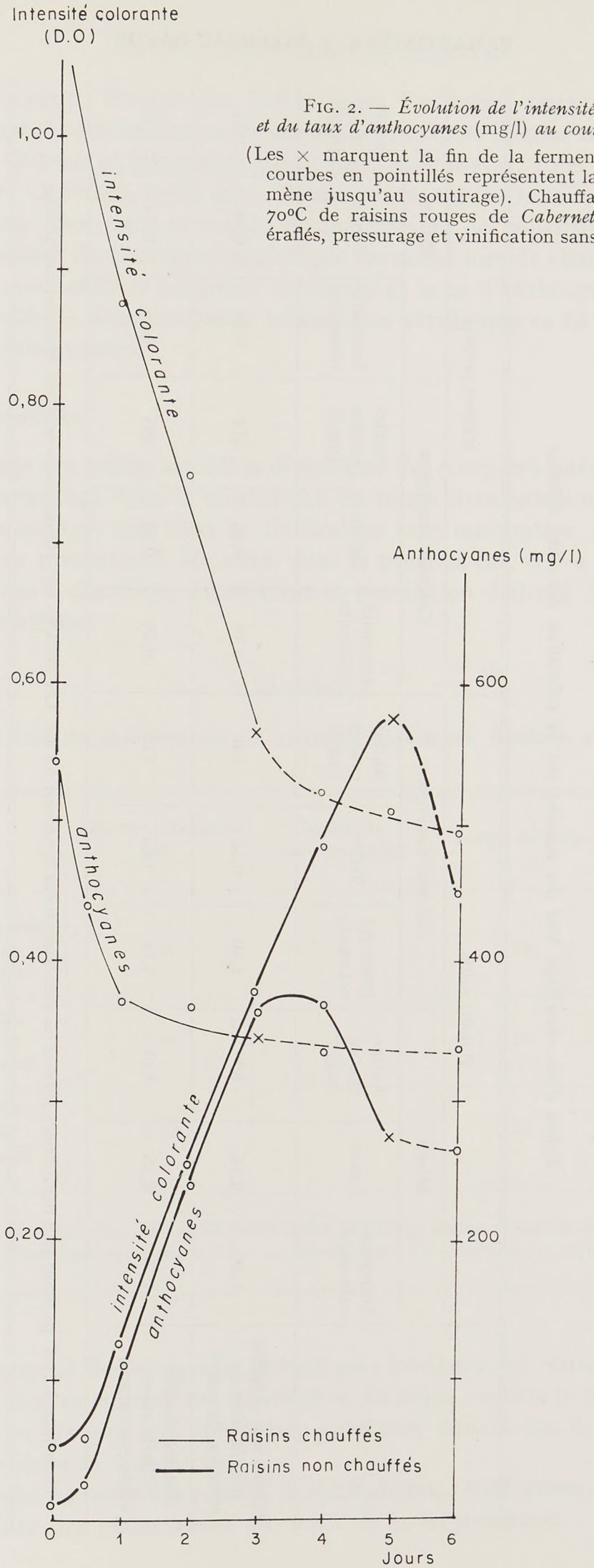


FIG. 2. — *Évolution de l'intensité colorante* (DO) *et du taux d'anthocyanes* (mg/l) *au cours de la fermentation*

(Les × marquent la fin de la fermentation alcoolique, les courbes en pointillés représentent la poursuite du phénomène jusqu'au soutirage). Chauffage une demi-heure à 70°C de raisins rouges de *Cabernet-Sauvignon* foulés et éraflés, pressurage et vinification sans macération.

TABLEAU I

Effets d'un chauffage lent des raisins sur la coloration des vins obtenus

	Raisins sains						Raisins pourris					
	Merlot			*Cabernet-Sauvignon*			*Cabernet-Sauvignon*			*Malbec*		
	Intensité colorante	Teinte	Anthocyanes (mg/l)	Intensité colorante	Teinte	Anthocyanes (mg/l)	Intensité colorante	Teinte	Anthocyanes (mg/l)	Intensité colorante	Teinte	Anthocyanes (mg/l)
Raisins non chauffés (Vinification en présence du marc)	1,21	0,46	600	1,30	0,45	436	0,70	0,56	372	0,96	0,48	454
Raisins chauffés (Vinification après pressurage)	1,31	0,45	620	1,41	0,45	472	0,50	0,63	236	0,44	0,55	230

Chauffage à 70°C pendant une demi-heure suivi d'un refroidissement spontané à l'air. Les dosages ont été effectués un mois après fermentation.

Milisavljević, 1972 ; Tullio Da Rosa, 1972 ; Taguena, 1972 ; Wagner, 1972).

D'autre part, l'activité des oxydases est accrue dans la zone de 45 à 55°C (Sudraud, 1963 ; Guinot et Menoret, 1965 ; Biol et Siegrist, 1966 ; Léglise, 1966 ; Marteau, 1966 ; Olivieri, 1966, 1970 ; Cordonnier, 1970). On sait qu'il faut franchir rapidement cette zone dans le cas de raisins atteints de pourriture. Le tableau 1 confirme ce résultat de l'action enzymatique survenue lors de chauffages trop lents de vendanges non sulfitées (intensité colorante et taux d'anthocyanes plus faibles, teinte plus « tuilée »). Dans ce même tableau, on vérifie que ce facteur ne joue pas dans le cas de raisins sains.

2. *Composés incolores.*

Le chauffage des raisins accroît la dissolution des composés phénoliques incolores dans le vin, davantage dans la vinification en rouge (fermentation de la vendange foulée sans pressurage) que dans la vinification sans macération (fermentation du moût séparé par pressurage). En effet, dans le premier cas, il y a superposition de trois phénomènes : chauffage, macération et production d'alcool. Le tableau 2 fait ressortir ces résultats.

TABLEAU 2

Action du chauffage sur les composés phénoliques incolores du vin

	Leucoanthocyanes (g/l)	Indice de permanganate	Indice de Folin	Indice à 280 nm
Raisins non chauffés (Vinification en présence du marc)	1,90	35	19	37
Raisins chauffés (Vinification en présence du marc)	2,56	46	25	47
Raisins chauffés (Vinification après pressurage)	2,12	42	24	43

Chauffage à 70°C pendant une demi-heure d'une vendange foulée et éraflée de *Cabernet-Sauvignon* suivie d'un refroidissement spontané à l'air. Les dosages ont été effectués un mois après fermentation.

L'accroissement des composés phénoliques incolores est continu jusqu'à la fin de la fermentation au cours d'une vinification classique, comme le montre la figure 3. Au contraire, on observe une diminution constante dans le cas de raisins chauffés, pressés et vinifiés sans macération.

Comme pour les composés colorés, le résultats final était connu, mais nos courbes montrent l'allure des phénomènes au cours de la fermentation.

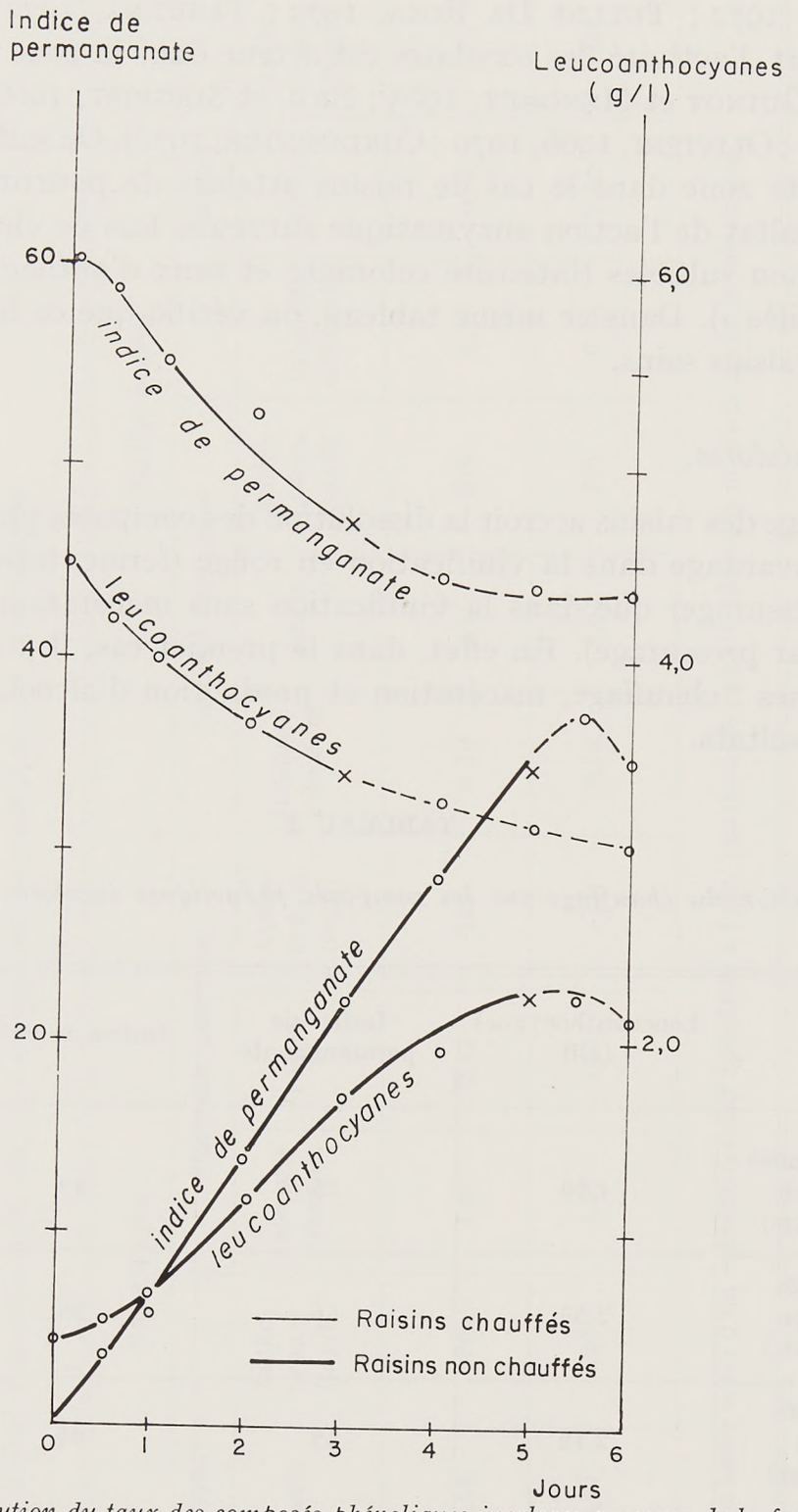


FIG. 3. — *Évolution du taux des composés phénoliques incolores au cours de la fermentation*
(Les × marquent la fin de la fermentation alcoolique,
les courbes en pointillés représentent la poursuite du phénomène jusqu'au soutirage)

Chauffage une demi-heure à 70°C de raisins rouges de *Cabernet-Sauvignon* foulés et éraflés, pressurage et vinification sans macération.

3. *Extraction des composés phénoliques de marcs rouges.*

Les observations suivantes mettent en évidence l'extraction incomplète des composés phénoliques au cours d'une vinification classique. Nous avons effectué des macérations de marcs de vendange rouge dans différents vins blancs (tabl. 3) et dans des vins rouges peu colorés à une température de 55°C (tabl. 4). C'est une application d'un ancien procédé qui permettait d'accroître l'intensité colorante de vins qui auraient été peu colorés.

TABLEAU 3

Extraction des composés phénoliques de marcs rouges par macération dans des vins blancs

	Intensité colorante	Anthocyanes (mg/l)	Leuco-anthocyanes (g/l)	Indice de permanganate
Vinification classique	0,47	97	0,80	18
Vin blanc + marc fermenté ci-dessus* (température normale)	0,49	39	0,85	13
Vin blanc + marc fermenté ci-dessus* (après chauffage à 55°C)....	1,69	255	2,90	48

* Les proportions respectives de marc et de vin mis en expérience sont celles d'une fermentation classique de raisins foulés et éraflés.

(Le marc mis en expérience provenait d'une vendange de *Cabernet-Sauvignon*. L'ensemble vin + marc a été maintenu à 55°C pendant 30 minutes. Les dosages ont été effectués dès la fin de l'expérience.

TABLEAU 4

Extraction des composés phénoliques de marcs rouges par macération dans des vins rouges peu colorés

		Intensité colorante	Anthocyanes (mg/l)	Leuco-anthocyanes (g/l)	Indice de permanganate
Malbec	Vinification classique	0,38	50	1,58	25
	Vin + marc pressuré ci-dessus* (après chauffage à 55°C) ..	0,82	285	2,32	47
Merlot	Vinification classique	0,75	89	1,10	17
	Vin + marc pressuré ci-dessus* (après chauffage à 55°C) ...	2,21	540	3,43	42

* Les proportions respectives de marc et de vin sont celles d'une fermentation classique de raisins foulés et éraflés.

(Les marcs mis en expérience provenaient de vendanges de *Malbec* et de *Merlot*. L'ensemble vin + marc a été maintenu à 55°C pendant 30 minutes. Les dosages ont été effectués dès la fin de l'expérience.

Les résultats de l'expérience sur vin blanc mettent en évidence, d'une part la faible proportion de polyphénols extraits de la pellicule au cours d'une vinification classique et lors d'une macération à froid, et d'autre part l'action nécessaire du chauffage pour une extraction plus complète. Ces résultats se retrouvent dans le cas de macérations de marcs fermentés dans des vins rouges peu colorés. En effet, un net accroissement de la coloration se manifeste après traitement à 55°C.

4. *Évolution de la matière colorante au cours de la conservation des vins.*

Nous avons montré précédemment que les vins issus de raisins rouges chauffés et vinifiés sans macération étaient plus colorés que les vins issus de vinification classique, au bout de cinq années de conservation (MARTINIÈRE et RIBÉREAU-GAYON, 1972). On constate le même résultat dans le cas de raisins chauffés et vinifiés avec macération (tabl. 5). MARTEAU (1970) avait obtenu des résultats comparables après une conservation des vins pendant sept mois.

TABLEAU 5

Évolution de la coloration des vins au cours de leur conservation

		Merlot		*Malbec*		*Cabernet-Sauvignon*	
		Au premier soutirage	Après un an	Au premier soutirage	Après 4 ans	Au premier soutirage	Après 5 ans
Vinification en présence du marc	Intensité colorante	1,21	0,77	0,96	0,67	1,21	0,61
	Anthocyanes (mg/l)	600	240	454	46	457	70
Chauffage + vinification en présence du marc	Intensité colorante	1,75	1,00	1,43	0,89	1,37	0,81
	Anthocyanes (mg/l)	590	250	400	62	565	88

Chauffage à 70°C pendant une demi-heure de la vendange foulée et éraflée, suivi d'un refroidissement spontané à l'air.

B. — *Action du chauffage sur les taux de produits secondaires de la fermentation*

La formation d'éthanal à partir des sucres au cours du chauffage des raisins entraîne un degré alcoolique plus élevé et des taux de produits secondaires inférieurs dans les vins issus de raisins chauffés (MARTINIÈRE et RIBÉREAU-GAYON, 1969).

1. *Évolution des acides acétique et succinique.*

La figure 4 exprime que la formation des acides acétique et succinique est moindre dans la fermentation de moûts issus de raisins chauffés que dans le cas d'une fermentation classique.

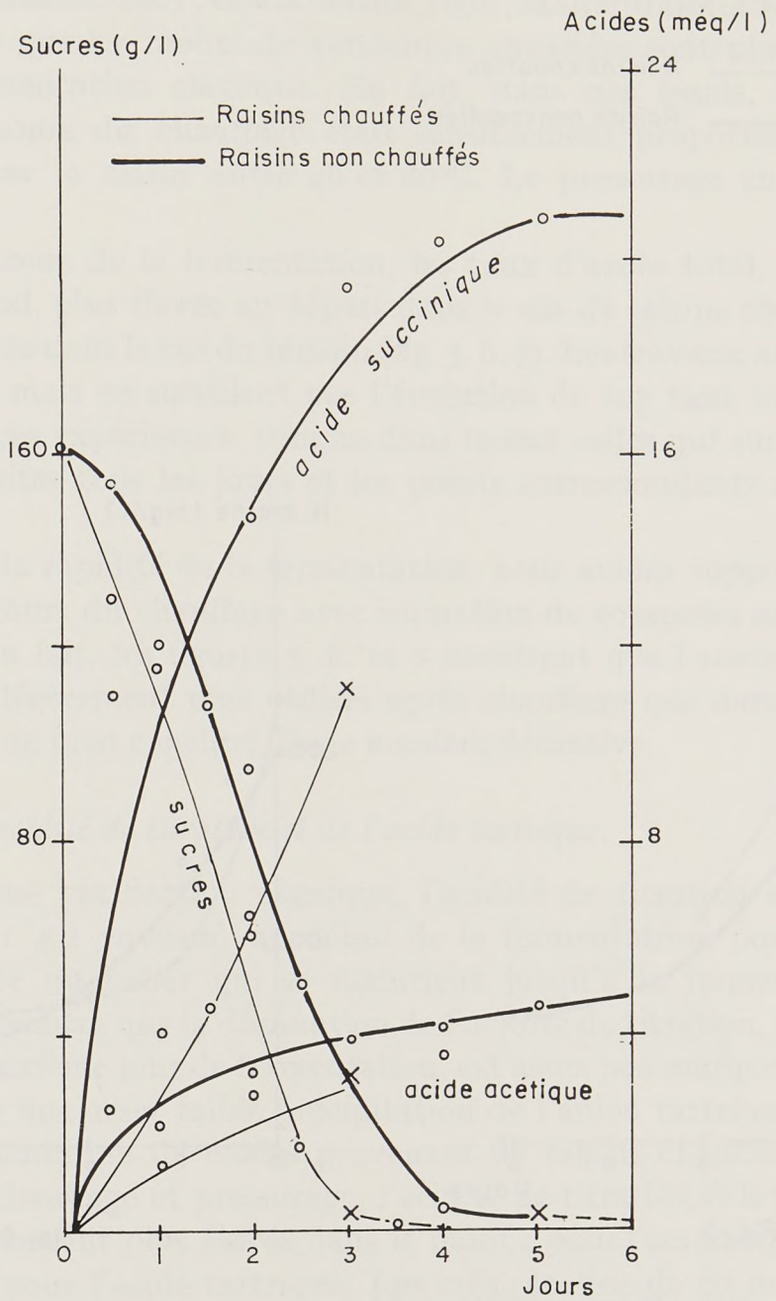


FIG. 4. — *Évolution des acides acétique et succinique* (méq./l) *et des sucres* (g/l) *au cours de la fermentation*
(Les × marquent la fin de la fermentation alcoolique)

Chauffage une demi-heure à 70°C de raisins rouges de *Cabernet-Sauvignon* foulés et éraflés, pressurage et vinification sans macération.

2. *Évolution des sucres.*

Pour le même essai que ci-dessus, l'évolution des sucres est représentée par la figure 4. Les courbes confirment la fermentation plus rapide des moûts obtenus de raisins chauffés par rapport aux moûts de fermentation classique. Les sucres sont épuisés en trois jours au lieu de cinq pour la fermentation témoin. Dans le cas du chauffage, le taux de sucres résiduels est très souvent inférieur à un gramme par litre.

3. *Évolution de l'azote total, de l'azote aminé et de l'azote ammoniacal.*

Il est possible que l'évolution rapide des sucres et leur épuisement plus total s'explique par un apport supplémentaire, par le chauffage des raisins, de facteurs de croissance et en particulier de substances azotées. Des résultats précédents

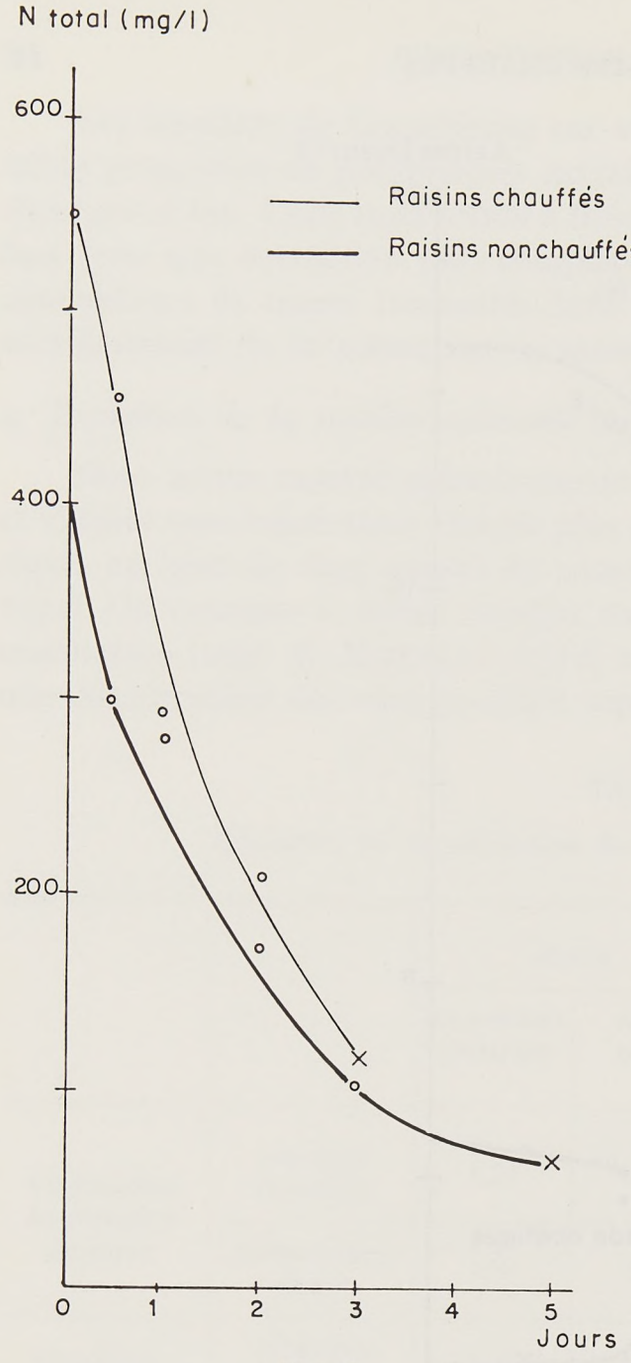


Fig. 5

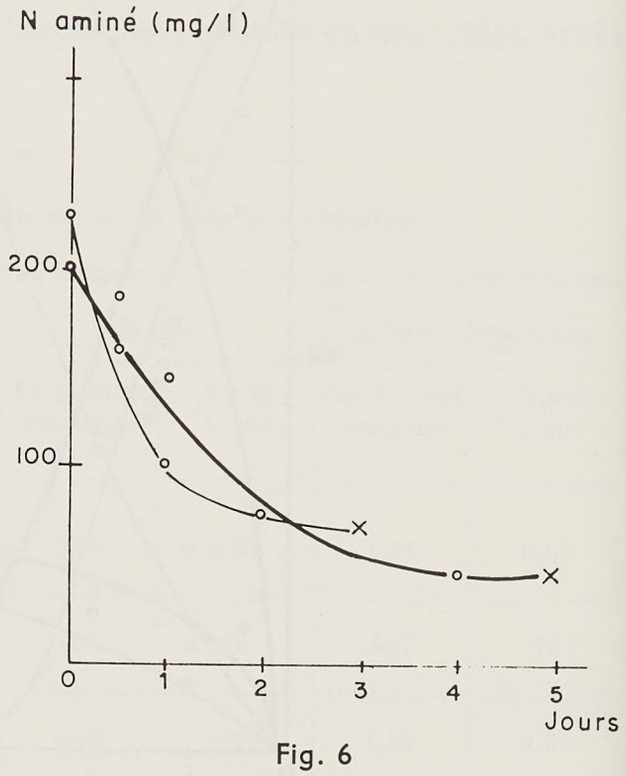


Fig. 6

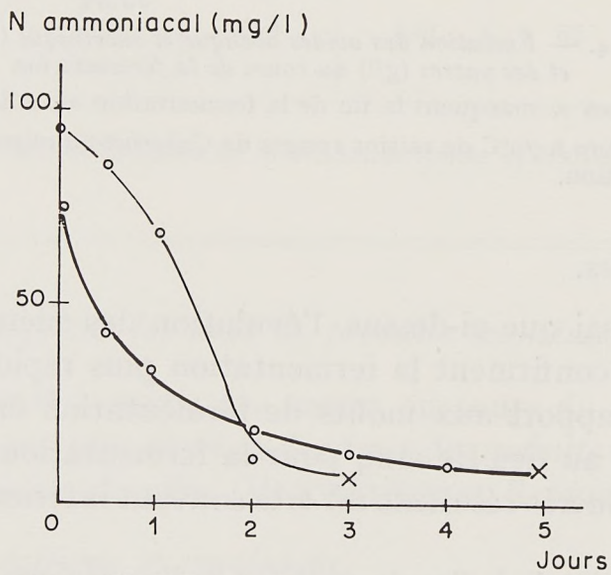


Fig. 7

FIG. 5, 6 et 7. — *Évolution de l'azote au cours de la fermentation*
FIG. 5. — Azote total ; FIG. 6. — Azote aminé ; FIG. 7. — Azote ammoniacal
(Les × marquent la fin de la fermentation alcoolique)

Chauffage une demi-heure à 70°C de raisins rouges de *Cabernet-Sauvignon* foulés et éraflés, pressurage et vinification sans macération.

(Feuillat et Bergeret, 1967 ; Cordonnier, 1970 ; Martinière et Ribéreau-Gayon, 1971) ont montré que les moûts de vendanges chauffées sont plus riches en azote que ceux de fermentation classique. En fait, dans nos essais, la dissolution de l'azote total au cours du chauffage était sensiblement proportionnelle à la température subie par le raisin entre 40 et 80°C. Le pressurage entraîne un nouvel apport d'azote.

Ensuite, au cours de la fermentation, les taux d'azote total, d'azote aminé et d'azote ammoniacal, plus élevés au départ dans le cas de raisins chauffés, diminuent plus rapidement que dans le cas du témoin (fig. 5, 6, 7). Les travaux antérieurs dosaient l'azote des moûts mais ne suivaient pas l'évolution de son taux au cours de la fermentation. Dans ces expériences, comme dans toutes celles qui suivent, les déterminations ont été faites tous les jours et les points correspondants sont indiqués sur les graphiques.

Étant donné la rapidité de la fermentation, nous avions supposé une hydrolyse des protéines au cours du chauffage avec formation de composés azotés assimilables par les levures. En fait, les figures 5, 6, et 7 montrent que l'azote aminé et l'azote ammoniacal sont légèrement plus utilisés après chauffage que dans une vinification classique. Mais on ne peut conclure d'une manière définitive.

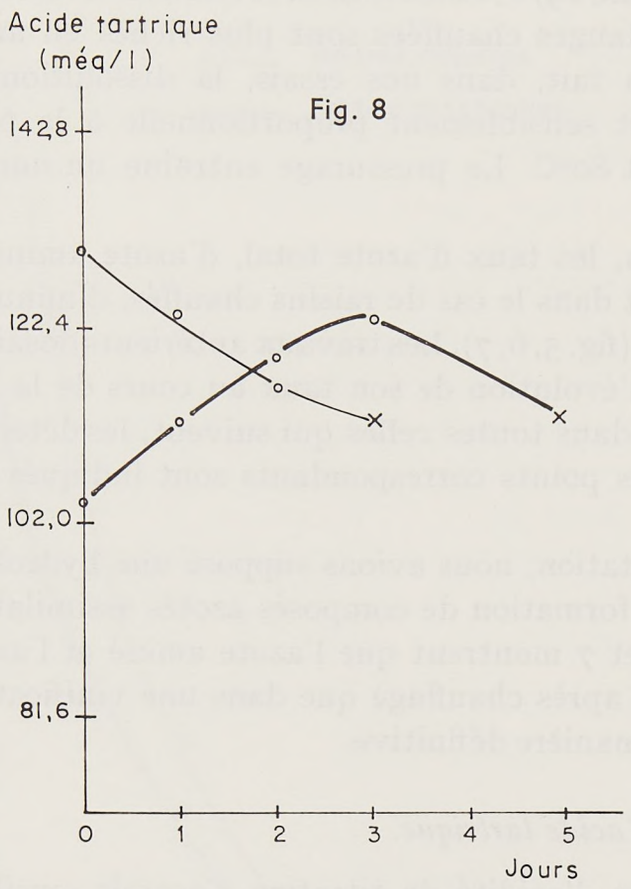
4. *Évolution de l'acidité de titration et de l'acide tartrique.*

Au cours d'une vinification classique, l'acidité de titration s'accroît sensiblement (de 0,5 à 1 g/l environ) au début de la fermentation, pour s'abaisser vers la fin et atteindre un palier qui se maintient jusqu'à la fermentation malolactique. La figure 8 montre que la diminution de l'acidité de titration, à partir du maximum atteint le deuxième jour de fermentation, est assez peu marquée. Parallèlement, la figure 9 montre une assez faible précipitation de l'anion tartrique.

Dans la fermentation de moûts provenant de raisins chauffés, l'évolution est différente. Après chauffage et pressurage, l'acidité de titration et le taux d'acide tartrique sont sensiblement plus élevés dans le moût : pour l'acidité de titration, 6,8 g au lieu de 5,0 g ; pour l'acide tartrique, 140 méq. au lieu de 90 méq. Cordonnier (1970) avait déjà montré cet accroissement dans les moûts. Pour notre part, nous avons poursuivi les observations pendant la fermentation et constaté que la concentration de l'anion tartrique diminue très rapidement pour se stabiliser à un niveau semblable à celui du témoin. Les ions K^+ et surtout les ions Ca^{++} diminuent aussi rapidement. Ces précipitations se traduisent pour l'acidité de titration par une diminution régulière au cours de la fermentation, sans passage par un maximum, et par une acidité finale inférieure à celle de la vinification classique en fin de fermentation (Martinière et Ribéreau-Gayon, 1972).

C. — *Action du chauffage sur les fermentations*

Une température de 70°C maintenue pendant une demi-heure est létale pour les levures et les bactéries. Cependant, il faut considérer que le milieu traité, en l'occurrence le raisin foulé, est un milieu très hétérogène : après la libération du jus et de la pulpe, par éclatement du grain au cours du foulage, la pellicule peut protéger, pendant le chauffage, un certain nombre de cellules vivantes.



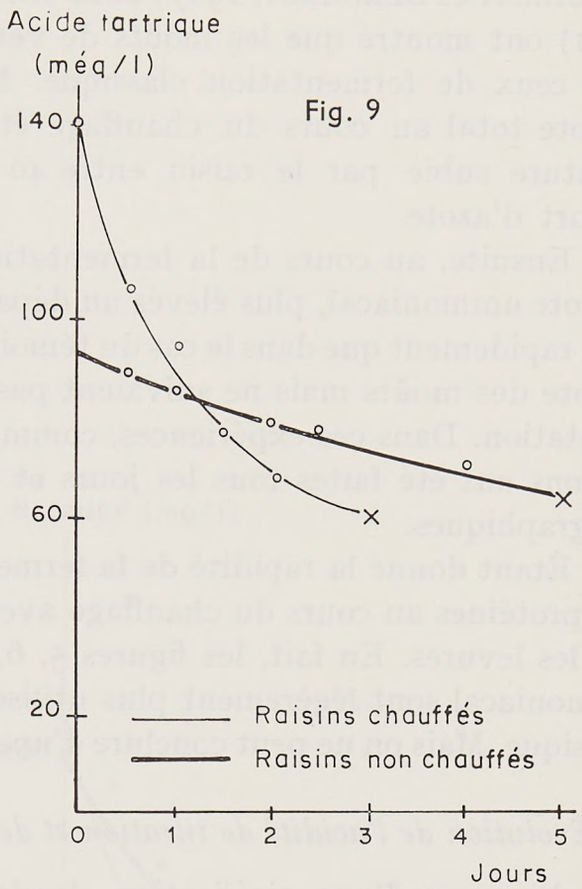


FIG. 8. — *Évolution de l'acidité de titration au cours de la fermentation*

FIG. 9. — *Évolution de l'acide tartrique au cours de la fermentation*
(Les × marquent la fin de la fermentation alcoolique)

Chauffage une demi-heure à 70°C de raisins rouges de *Cabernet-Sauvignon* foulés et éraflés, pressurage et vinification sans macération.

1. *Fermentation alcoolique.*

CORDONNIER (1970), citant BARRE, a signalé, en pesant les levures formées, que le chauffage des raisins foulés entraînait un accroissement du « potentiel biotique » des moûts. Nous avons, pour notre part, étudié l'évolution du nombre de cellules de levures vivantes au cours de la fermentation de moûts de raisins chauffés. Dans une expérience, effectuée sur une vendange rouge de *Merlot* foulée et éraflée, chauffée à 70°C, pressée et vinifiée sans macération, le nombre de cellules de levures vivantes était de 6 à $7 \cdot 10^4$ par millilitre après chauffage. Après pressurage, ce nombre s'est élevé à $9 \cdot 10^6$. Par conséquent, l'ensemencement par le matériel est très important.

Deux jours après le départ de la fermentation après pressurage, le nombre de cellules vivantes de levures a atteint une valeur seize fois plus élevée qu'à la mise en cuve, au lieu de trois fois dans la fermentation témoin sans chauffage. Le nombre maximal de levures est à peu près deux fois plus élevé dans le cas de raisins chauffés (fig. 10). Dans le cas de la fermentation après chauffage et sans pressurage, le nombre maximal de levures est égal à trente fois le nombre initial existant à la mise en cuve.

Ce fait, qui a été général dans toutes nos expériences et dont l'intérêt pratique est évident, peut être dû à plusieurs facteurs : une température favorable (25 à

35°C) au moment de la mise en cuve, un taux d'azote assimilable plus élevé, un apport de facteurs de croissance supplémentaires ou, peut-être, une destruction de composés inhibiteurs.

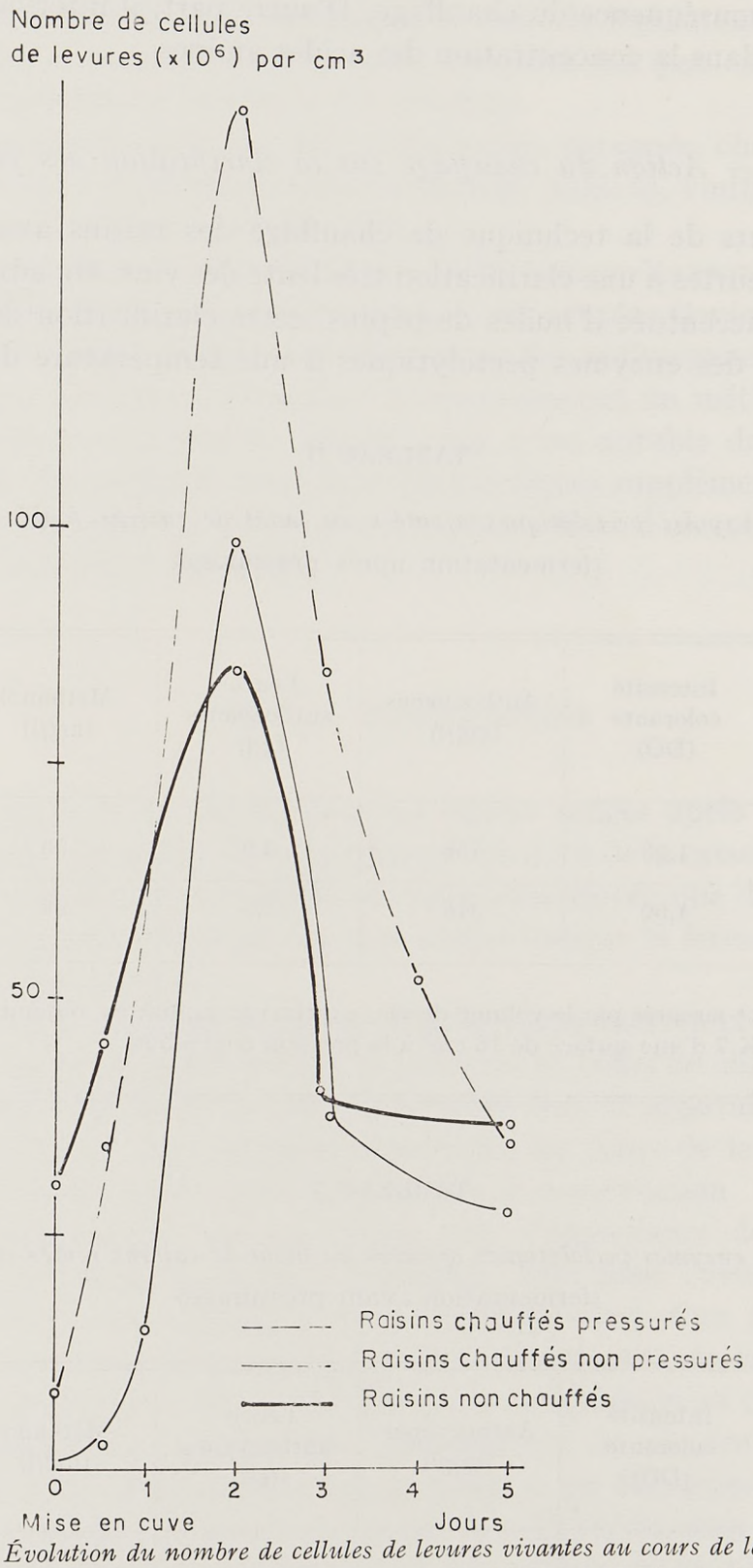


FIG. 10. — *Évolution du nombre de cellules de levures vivantes au cours de la fermentation*

Chauffage une demi-heure à 70°C de raisins rouges de *Cabernet-Sauvignon* foulés et éraflés, pressurage et vinification avec et sans macération.

2. *Fermentation malolactique.*

D'une manière tout à fait générale, dans les vins issus de vendanges chauffées, la fermentation malolactique est achevée beaucoup plus tôt que dans les vins témoins, le plus souvent dans les quinze jours suivant la fin de la fermentation alcoolique.

Il est probable que, pour une grande part, les facteurs intervenant dans la multiplication jouent le même rôle dans le cas des bactéries. Doivent avoir un effet particulier : une acidité de titration et un pH favorables, un taux d'anhydride sulfureux libre moindre en conséquence du chauffage. D'autre part, il intervient certainement une modification dans la concentration des acides aminés.

D. — *Action du chauffage sur la clarification des vins*

Les utilisateurs de la technique de chauffage des raisins avant fermentation se sont toujours heurtés à une clarification très lente des vins. On admet qu'en dehors d'une extraction accentuée d'huiles de pépins, cette clarification difficile est le fait d'une destruction des enzymes pectolytiques à une température de 70°C.

TABLEAU 6

Action des enzymes pectolytiques ajoutées au moût de raisins foulés et chauffés
(fermentation après pressurage)

	Intensité colorante (DO)	Anthocyanes (mg/l)	Leuco-anthocyanes (g/l)	Méthanol (mg/l)	Filtrabilité*
Sans enzymes	1,23	456	3,9	50	220
Avec enzymes	1,00	316	3,5	60	245

* La filtrabilité est mesurée par le volume de vin, exprimé en millilitres, obtenu après 35 minutes de filtration sur plaques K 7 d'une surface de 16 cm² à la pression de 0,5 bar.

TABLEAU 7

Action des enzymes pectolytiques ajoutées au moût de raisins foulés et chauffés
(fermentation avant pressurage)

	Intensité colorante (DO)	Anthocyanes (mg/l)	Leuco-anthocyanes (g/l)	Méthanol (mg/l)	Filtrabilité*
Sans enzymes	1,08	444	3,18	198	1 275
Avec enzymes	1,20	272	4,30	245	1 191

(*) La filtrabilité est mesurée par le volume de vin exprimé en millilitres, obtenu après 60 minutes de filtration sur plaque K 7 d'une surface de 16 cm² à la pression de 0,5 bar.

Pour remédier à cet inconvénient, il faudrait substituer des enzymes pectolytiques exogènes aux enzymes naturelles du raisin détruites par la chaleur. Cependant la formation d'alcool méthylique, au cours de la dégradation des matières pectiques vers le terme qui est l'acide galacturonique, a incité le législateur à la prudence et l'emploi généralisé d'enzymes pectolytiques exogènes n'a pas encore été autorisé. Seule une expérimentation limitée a été effectuée.

Des expériences ont porté sur des raisins foulés, égrappés, chauffés à 70°C pendant une demi-heure : vinification après pressurage (tabl. 6), vinification avant pressurage en présence des parties solides (tabl. 7).

L'intensité colorante est légèrement plus faible lorsque les enzymes pectolytiques ont été ajoutées avant pressurage. Au contraire, elle est plus élevée dans une vinification en présence de marc, malgré une diminution des anthocyanes. La filtrabilité a été améliorée dans les deux expériences. L'accroissement du méthanol ne s'est pas manifesté en l'absence des parties solides, mais il est notable dans la vinification avant pressurage. La présence d'enzymes pectolytiques supplémentaires accélère la déméthoxylation des chaînes de pectines. Le taux final d'alcool méthylique reste cependant dans les limites normales.

IV. — CONCLUSIONS

Certains aspects de la vinification des raisins rouges après chauffage à 70°C étaient déjà connus : stabilité des vins obtenus vis-à-vis de la casse oxydasique, coloration des vins issus de raisins chauffés au moins aussi élevée que dans la vinification classique, ce qui permet d'obtenir des vins rouges lorsque la fermentation se fait en l'absence des parties solides.

Dans ce travail, nous avons précisé d'autres faits nouveaux ou moins connus, telle l'évolution des polyphénols colorés et incolores au cours du chauffage des raisins, de la fermentation et enfin de la conservation des vins. Il apparaît que, malgré une diminution importante des composés phénoliques au cours de la fermentation, les vins restent plus riches, même après cinq années de conservation.

D'autres constatations ont été faites, telle l'importance de l'extraction des différentes formes d'azote et de leur utilisation, telle aussi l'évolution de l'acidité de titration et de l'acide tartrique. Si le chauffage suivi d'un pressurage permet une extraction beaucoup plus importante des constituants de la pellicule dans le moût, il a pour conséquence des modifications de composition au cours de la fermentation et par suite un remaniement des concentrations de ces constituants.

La rapidité de la fermentation est parallèle à un développement intense des cellules de levures malgré un nombre restreint de cellules vivantes après le chauffage. Il resterait à rechercher si le développement des cellules de bactéries, à l'origine de la fermentation malolactique, comporte un même processus.

Enfin, malgré les avantages certains de cette technique de vinification, la difficulté de clarification des vins issus de raisins chauffés a pu retarder jusqu'à présent la généralisation de cette méthode. L'autorisation d'utilisation d'enzymes pectolytiques exogènes aiderait à la solution de ce problème.

Pour l'avenir, il nous semble que le problème se présente de la manière suivante.

Le chauffage de la vendange a de nombreux effets sur la composition du marc et du moût et sur les échanges entre eux. Il a donc diverses conséquences sur la composition et les caractères des vins obtenus par ce jeu de phénomènes multiples, successifs, complexes et imbriqués. Dans ces problèmes, on pourrait distinguer l'aspect chimique (effets de la macération), l'aspect microbiologique (croissance et action des levures et des bactéries), l'aspect enzymatique (destruction de telle ou telle enzyme en fonction des conditions). Sauf cas exceptionnel, cette étude ne permet pas d'expliquer avec quelque certitude les faits par les modifications dues au chauffage, plus précisément par cette succession enchevêtrée des conditions et des effets. C'est ce vers quoi il faut tendre dans l'avenir, et en cela ces études pourraient avoir une portée dépassant la technique du chauffage, par exemple contribuer à expliquer pourquoi les fermentations alcoolique et malolactique sont plus ou moins rapides et complètes selon des circonstances mal précisées.

Il faut aussi tendre à donner des règles pratiques aussi précises que possible pour obtenir, dans telles conditions, tel résultat, c'est-à-dire tendre à connaître les facteurs essentiels en les isolant de ceux qui n'interviennent pas. Enfin, il faut concevoir les matériels les plus appropriés et leur utilisation rationnelle et économique.

Reçu pour publication en août 1972.

SUMMARY

EXPERIMENTAL STUDY OF THE EFFECT OF HEATING GRAPES IN WINE-MAKING

The object of this study is to obtain a more thorough knowledge of certain aspects (less well known than the destruction of oxydases or the extraction of colouring substances) of red grape wine-making after heating to 70°C. The evolution of coloured and colourless polyphenols during heating, during fermentation of the grapes and lastly during preservation of the wines was followed up. The wines from heated grapes remained richer even after several years'preservation. On the other hand, the more complete extraction of other constituents, such as nitrogenous compounds or tartaric acid, causes changes in the composition of the musts (due to characteristics of the wines and precipitations), an increase in the number of living yeast cells, desacidification by easier malolactic fermentation of the wines. Lastly, the addition of pectolytic enzymes may improve the clarifying of wines obtained after heating the grapes.

RESUMEN

ESTUDIO EXPERIMENTAL DE LA INFLUENCIA DEL CALENTAMIENTO DE LAS UVAS SOBRE LA VINIFICATION

Este estudio tiene por objeto profundizar ciertos aspectos (menos conocidos que la destrucción de las oxidasas o la extracción de la materia colorante) de la vinificatión de las uvas negras previo calentamiento a 70°C. Se ha seguido la evolución de los polifenoles coloreados e incoloros durante el transcurso del calentamiento, durante el transcurso de la fermentación de las uvas y, finalmente, durante el transcurso de la conservación de los vinos. Los vinos procedentes de las uvas calentadas conservan mayor riqueza, incluso después de varios años de conservación. Por otra parte, la extracción más completa de otros componentes, como por ejemplo los compuestos nitrogenados o el ácido tartrico, provoca modificationes en la composición de los mostos (y, por consiguiente,

de las características de los vinos y de las precipitaciones en que se producen), un incremento del número de las células de levaduras vivas y una desacidificación por fermentación maloláctica más fácil de los vinos. Finalmente, la adición de enzimas pectolíticas puede proporcionar una mejora de la clarificación de los vinos obtenidos previo calentamento de las uvas.

RIASSUNTO

STUDIO SPERIMENTALE DELL'INFLUENZA DEL RISCALDAMENTO DELL'UVA SULLA VINIFICAZIONE

Questo studio ha lo scopo di approfondire alcuni aspetti (meno noti della distruzione delle ossidasi o dell'estrazione della materia colorante) della vinificazione dell'uva rossa dopo riscaldamento a 70°C. E' state seguita l'evoluzione dei polifenoli colorati e incolori durante il riscaldamento, durante la fermentazione dell'uva e in fine durante la conservazione dei vini. I vini ottenuti a partire da uva riscaldata rimangono più ricchi anche dopo più anni di conservazione. D'altra parte, l'estrazione più completa di altri costituenti, quali i composti azotati o l'acido tartarico, provoca delle modifiche nella composizione dei mosti (e dunque dei caratteri dei vini e delle precipitazioni di cui essi sono sede), un aumento del numero delle cellule di lieviti viventi, una disacidificazione mediante una più facile fermentazione malolattica dei vini. L'aggiunta, in fine, di enzimi pectolitici puo' migliorare la chiarificazione dei vini ottenuti dopo riscaldamento dell'uva.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Barre P., 1972 *Rapport sur l'élaboration des vins rouges par macération à chaud de la vendange.* Rapport I. N. R. A., juillet.

Bénard P., 1972. La vinification des Vins Doux Naturels par macération carbonique ou chauffage de la vendange. *C. R. Acad. Agric. Fr.*, (1), 76.

Biol H., Siegrist J., 1966. Comparaison d'un type de vinification en rouge à d'autres types. Influence du chauffage. *Vignes Vins*, (149), 60-68.

Biol H., 1967. Le traitement thermique de la vendange rouge. *Vignes Vins*, (161), 29-34 ; (162), 51-55 ; (163), 43-55.

Bujard M., 1968. Le chauffage de la vendange, un procédé fort étudié à l'étanger. *Schweiz. Wein. Zeit.*, **33**, 669.

Bujard M., 1968. *Étude sur la vinification en rouge par chauffage de la vendange.* Diplôme Œnologue, S. O. W. 2e éd., 135 p.

Cordonnier R., Dugal A., 1968. Les activités protéolytiques du raisin. *Ann. Technol. agric.*, **17** (3), 189-206.

Cordonnier R., 1970. Effets du chauffage de la vendange sur quelques constituants des moûts. *Bull. Off. intern. Vigne Vin*, **43** (468), 139-145.

Coulon P., 1971. Techniques nouvelles de vinification. *Bull. Off. intern. Vigne Vin*, **44** (485-486), 678-701.

Demeaux M., Bidan P., 1967. Étude de l'inactivation par la chaleur de la polyphénoloxydase du jus de raisin. *Ann. Technol. agric.*, **16** (2), 75-79.

Dimotaki-Kourakou V., 1967. Les phénomènes de la macération dans la vinification en rouge. Le chauffage de la vendange. *2e Symposium intern. Œnologie*, Bordeaux, **1**, 215-233. I. N. R. A., Paris.

Feuillat M., Bergeret J., 1967. Influence des traitements thermiques de la vendange sur l'extraction des constituants azotés. *C. R. Acad. Sc.*, **264** D, 2520-2523.

Flanzy C., Bénard P., 1969. Influence de divers modes de vinification, en particulier du chauffage de la vendange, sur les caractéristiques des vins. *C. R. Acad. Agric. Fr.*, **55** (18), 1266-1274.

Flanzy C., Bénard P., Bourzeix M., 1971. Influence des méthodes de chauffage de la vendange, de sulfitation, conservation et concentration des moûts sur la composition des jus de raisins et des concentrés obtenus. *C. R. Acad. Agric. Fr.*, **57** (13), 1134.

Flanzy M., 1967. Quelques procédés nouveaux de vinification. *Bull. Off. intern. Vigne Vin*, **40** (433), 283-295.

Flanzy M., Poux C., 1958. Les possibilités de la microvinification. Application à l'étude de la macération. *Ann. Technol. agric.*, **7**, 377-401.

François M., 1972. Les installations pour la vinification en rouge par macération à chaud. Les matériels. *Vignes Vins*, (210), 37.

Guinot Y., Menoret Y., 1965. Le chauffage continu du raisin avant pressurage. *C. R. Acad. Agric. Fr.*, **51** (12), 866-872.

Laszlo I., 1972. Techniques nouvelles de vinification. Rapport roumain. *Bull. Off. intern. Vigne Vin*, **45** (492), 140-150.

Léglise M., 1966. L'emploi des hautes températures dans la phase préfermentaire de la vinification en rouge. *Vignes Vins*, (149), 39-46.

Loinger C., Rosenthal P. S., 1972. Techniques nouvelles de vinification. Rapport israélien. *Bull. Off. intern. Vigne Vin*, **45** (492), 130-139.

Marteau G., 1966. Le contrôle biologique au cours de la phase préfermentaire de la vinification. *Vignes Vins*, (149), 47-50.

Marteau G., 1970. Quelques aspects de la vinification en rouge par macération à chaud comparée à la vinification en rouge classique. *Bull. Off. intern. Vigne Vin*, **43** (468), 146-157.

Marteau G., Olivieri C., 1965. Obtention et transformations biologiques du moût avant fermentation. *Bull. techn. Inform.*, (196), 27-46.

Marteau G., Olivieri C., 1966. Quelques données nouvelles concernant la vinification en rouge par macération à chaud. *Prog. agric. vitic.*, (17), 133 ; (18), 150 ; (19), 191 ; (20), 215.

Marteau G., Olivieri C., 1970. Bases et perspectives de la vinification en rouge par macération à chaud. *Bull. techn. Inform.*, (253), 643-658.

Marteau G., Olivieri C., Scheur J., 1963. Le conditionnement thermique des raisins. *Prog. agric. vitic.*, (1), 3-8 ; (2), 25-30 ; (3), 64-68.

Martinière P., Ribéreau-Gayon J., 1969. Modification du processus fermentaire par chauffage préalable des raisins. *C. R. Acad. Sc.*, **269** D, 924-928.

Martinière P., Ribéreau-Gayon J., 1972. Influence du chauffage sur la fermentation de la vendange rouge. *C. R. Acad. Agric. Fr.*, **58** (5), 305-313.

Mayer K., Vetsch V., 1968. Recherche sur la trempe à chaud pour les vins rouges. *Schweiz. Z. Obst. Weinbau*, **22**, 559-562.

Milisavljevic D., 1972. Techniques nouvelles de vinification. Rapport yougoslave. *Bull. Off. intern. Vigne Vin*, **45** (491), 57-66.

Nègre E., Roubert J., Marteau G., 1971. Techniques nouvelles de vinification. Rapport français. *Bull. Off. intern. Vigne Vin*, **44** (487), 826-848.

Olivieri C., 1966. Phénomènes d'échange intervenant au cours de la macération. *Vignes Vins*, (149), 51-54.

Olivieri C., 1970. Vinification en rouge par chauffage de la vendange et macération à chaud. *Vignes Vins*, (191), 14-18.

Rankine B., 1964. Heat extraction of colour from red grapes for wine making. *Austr. Wine Brew. Spirit Rev.*, (82), 40.

Ribéreau-Gayon J., Peynaud E., 1958. *Analyse et contrôle des vins*. Béranger, Paris.

Ribéreau-Gayon P., 1957. Le leucocyanidol dans les vins rouges. *C. R. Acad. Agric. Fr.*, **43**, 824.

Ribéreau-Gayon P., 1970. Le dosage des composés phénoliques totaux dans les vins rouges. *Chim. anal.*, **52** (6), 627.

Segal C. Brad, 1966. L'action des préparations pectolytiques de nature fongique sur les substances colorantes des raisins et des vins rouges. *Rev. Ferm. Industr. aliment.*, **21** (2), 51-56.

Schmidt G., 1969. Vinification par préchauffage des raisins rouges. *Schweiz. Wein Z.*, (8), 130-133.

Stonestreet E., 1965. *Contribution à l'étude des tanins de la matière colorante des vins rouges*. Thèse 3e Cycle, Bordeaux.

Sudraud P., 1958. Interprétation des courbes d'absorption des vins rouges. *Ann. Technol. agric.* **7** (11), 203.

Sudraud P., 1963. *Étude expérimentale de la vinification en rouge*. Thèse Ingénieur-Docteur, Bordeaux.

Sudraud P., 1966. Influence des phénomènes préfermentaires sur la composition et la qualité des vins. *Vignes Vins*, (149), 99-104.

Taguena X., 1971. Techniques nouvelles de vinification. Rapport espagnol. *Bull. Off. intern. Vigne Vin*, **45** (496), 497-520.

Tanner H., 1970. Sur la technique de chauffage de la vendange pour la préparation des vins rouges et spiritueux. *Trav. Chim. aliment. Hyg.*, **61**, 324.

Tullio Da Rosa M., 1972. Techniques nouvelles de vinification. *Bull. Off. intern. Vigne Vin*, **45** (491), 44-52.

Vivien A., 1966. Le chauffage des vendanges. *Vignes Vins* (152), 27-32.

Wagner W. W., 1972. Techniques nouvelles de vinification. Rapport sud-africain. *Bull. Off. intern. Vigne Vin*, **45** (491), 52.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (1), 21-33.

SIGNIFICATION D'UN TEST DE PANIFICATION A ÉCHELLE RÉDUITE

B. GODON et J. SARAZIN
avec la collaboration technique de P. Garnier et M. Cianfarani

Laboratoire de Contrôle et de Technologie des Blés,
École nationale supérieure de Meunerie et des Industries céréalières, I. N. R. A.,
16 rue Nicolas Fortin
75013 Paris

RÉSUMÉ

Un test de panification à échelle réduite est utilisé pour étudier les nouvelles variétés de blés en fonction de leur valeur boulangère. La comparaison du volume des pains obtenus par cette méthode et du volume des pains de fabrication courante montre qu'il y a une très bonne concordance pour les blés convenant pour la panification française. Le classement diffère dans les autres cas, car la méthode à échelle réduite présente l'avantage de pouvoir comparer les blés quelle que soit leur force (mesurée par le W de l'alvéogramme Chopin). On observe qu'il existe une très bonne relation entre les résultats de cet essai de panification et les valeurs du gonflement de l'alvéogramme lorsqu'on utilise le pétrissage classique. Mais, comme dans le cas de la panification courante, cette relation n'existe plus lorsque le pétrissage est intensifié.

Mots clés : *blé, sélection, valeur boulangère, panification expérimentale.*

I. — INTRODUCTION

La valeur boulangère des blés, c'est-à-dire leur aptitude à la fabrication du pain, demeure toujours l'élément essentiel de l'appréciation de la qualité technologique de cette céréale. Or, depuis que les blés font l'objet de travaux d'amélioration et de sélection, de nombreux tests ont été proposés pour permettre de déterminer cette qualité boulangère au laboratoire, avec l'espoir de remplacer ainsi l'essai de panification. Car ce dernier essai est long, et il exige un matériel de laboratoire important. De nouvelles techniques sont continuellement mises au point dans le dessein de fournir des critères toujours mieux adaptés aux nouvelles exigences industrielles. Mais toutes ces méthodes rendent compte, seulement, d'un ou de plusieurs aspects

de cette aptitude à l'utilisation en boulangerie. Aucune ne réalise vraiment la synthèse des nombreux facteurs qui la conditionnent. De ce fait, l'essai de panification fournissant les caractéristiques du produit fini reste le test le plus valable et les autres analyses ne peuvent apporter que des indications partielles. Ainsi, en France, on a l'habitude de considérer la force boulangère mesurée par le travail de formation de la pâte à l'aide de l'alvéogramme Chopin.

Si les essais de panification en vraie grandeur, du type de l'essai standard normalisé par le C. N. E. R. N. A. (Calvel, 1968), ont une valeur certaine pour le contrôle industriel de l'aptitude à la fabrication du pain de type français, leur mise en œuvre au niveau de la sélection et du contrôle variétal pose souvent des problèmes. En effet, dans les stades initiaux de l'obtention de nouvelles variétés, la quantité de matériel disponible est trop faible pour permettre de réaliser de tels essais. On doit alors avoir recours à un test de panification à échelle plus réduite. Plusieurs tests de cette nature ont déjà été proposés, en général, d'ailleurs, dans des pays étrangers. Ces diverses méthodes diffèrent par des détails de conditions expérimentales, qui correspondent souvent à des particularités de la panification artisanale ou industrielle. Bourdet et Leclercq (1970) ont réalisé une étude comparative des principales de ces techniques. A l'exception des microméthodes qui utilisent quelques dizaines de grammes, et dont la signification est plus aléatoire et la mise en œuvre plus délicate, les autres tests à échelle réduite exigent de 300 à 600 g de farine. La majorité d'entre eux a recours à la panification en moule.

Or, notre laboratoire doit fournir un avis sur la valeur boulangère des lignées en cours de sélection dans les stations de l'I. N. R. A. ou sur celle des variétés présentées pour l'inscription au catalogue. Il a donc été dans l'obligation de mettre en place un test de panification à échelle réduite utilisable dans les cas où l'essai standard ne l'était pas. Comme nous n'étudions pas d'échantillons avant la cinquième génération, à cause du manque de fixité des générations antérieures, nous pouvons disposer de 300 g de farine. L'utilisation du micro-essai ne s'impose donc pas.

Mais notre essai doit pouvoir fournir des renseignements sur l'aptitude à la panification française, si particulière. Il serait souhaitable qu'elle puisse aussi classer les blés en fonction de la panification que l'on trouve dans les pays étrangers, au moins européens, même si ce classement est relativement grossier, avec une répartition en un nombre restreint de groupes. Une analyse plus précise pourra être entreprise lorsque l'importance des lots le permettra. D'ailleurs, une plus grande précision serait illusoire sur les échantillons de générations relativement précoces, car les conditions des essais par petites parcelles dans lesquelles sont cultivées les lignées introduisent des modifications des caractéristiques des blés ; à tel point que l'on ne peut travailler que comparativement à des témoins dont la valeur boulangère est connue par ailleurs.

Un autre souci nous a guidés dans la recherche des conditions de l'essai de cuisson. C'est, d'une part, l'utilisation, si possible, de matériel répandu en France, d'autre part, la mise en œuvre d'une méthode relativement facile et proche de celle à laquelle les boulangers français sont habitués.

Une étude comparative des différents pétrins d'essai et de divers facteurs nous a amenés à dégager une nouvelle technique. Après avoir décrit les conditions de cet essai de cuisson à échelle réduite, nous comparerons ses résultats à ceux des essais standards.

II. — MATÉRIEL ET MÉTHODE

L'appareillage que nous utilisons se compose d'un moulin d'essais Bühler, d'un pétrin Chopin à 2 vitesses, d'une étuve Lequeux et d'un four à pâtisserie Guyon.

Le moulin d'essais doit permettre d'obtenir une farine ayant un taux d'extraction comparable à celui d'une farine industrielle. Les farines préparées à l'aide du moulin semi-automatique Bühler possèdent un taux d'extraction moyen de 72 p. 100.

Nous avons retenu le principe de 3 pâtons faits chacun à partir de 150 g de pâte, soit au total 300 g de farine environ. Préalablement à la confection de cette pâte, nous déterminons l'hydratation à lui donner ; ceci exige 50 g de farine. L'hydratation choisie est celle correspondant à la consistance de 400 unités Brabender (UB), mesurée au farinographe au bout de 12 minutes de pétrissage. Pratiquement, pour éviter des essais successifs, nous avons pu établir des courbes donnant la quantité d'eau à ajouter à la farine pour obtenir la consistance indiquée d'après la valeur de la consistance obtenue pour une hydratation correspondant à 80 p. 100 de la matière sèche. Une première courbe (fig. 1) donne l'hydratation en p. 100 de la matière sèche (MS)

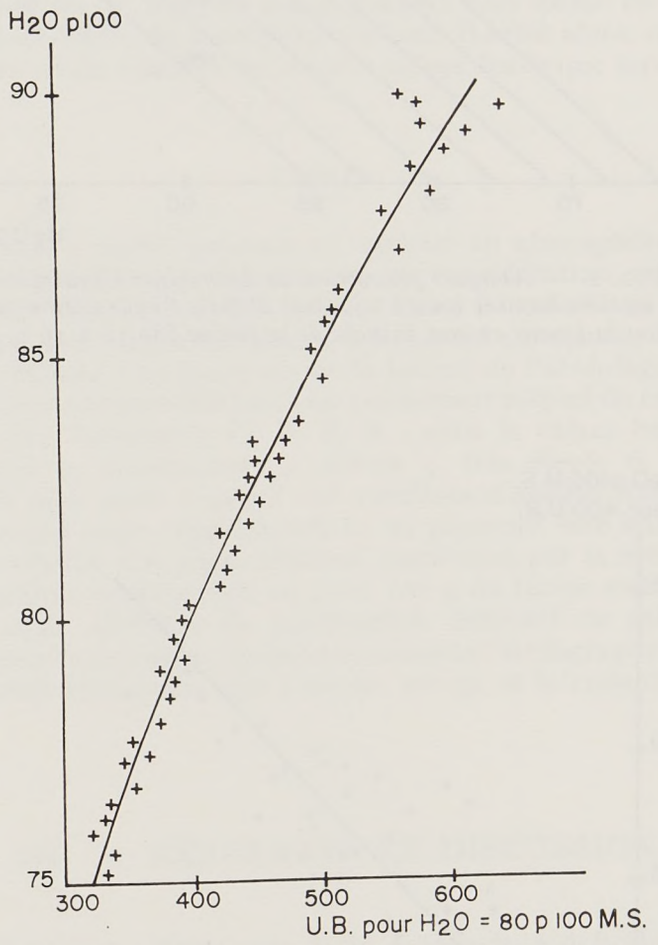


FIG. 1. — *Courbe indiquant l'hydratation* (en p. 100 de la matière sèche) *à donner à une pâte pour obtenir une consistance de 400 unités Brabender* (UB) *d'après la valeur de consistance mesurée pour une hydratation correspondant à 80 p. 100 de la matière sèche*

que l'on doit réaliser pour obtenir une consistance de 400 UB à partir de la valeur de consistance mesurée pour une hydratation de 80 p. 100 de MS ; en portant sur la courbe, en abscisse, la valeur de la consistance fournie par le farinographe, on obtient en ordonnée l'hydratation à réaliser. Cette courbe a été tracée à partir de déterminations effectuées sur 46 échantillons variés. En reportant cette valeur de l'hydratation en abscisse de la deuxième famille de courbes (fig. 2), on obtient la quantité d'eau à ajouter d'après la courbe correspondant à la teneur en eau de la farine.

Nous avons aussi la possibilité de déterminer la quantité d'eau à ajouter sans avoir recours

au farinographe, à condition de connaître les paramètres du diagramme alvéographique. En effet, la figure 3 montre qu'il existe une assez bonne corrélation ($r = 0{,}83$) entre la quantité d'eau à ajouter pour obtenir la pâte désirée et celle nécessaire pour fournir une pression P de l'alvéogramme égale à 45 suivant la méthode modifiée par NURET, SARAZIN et BERRIER (1970).

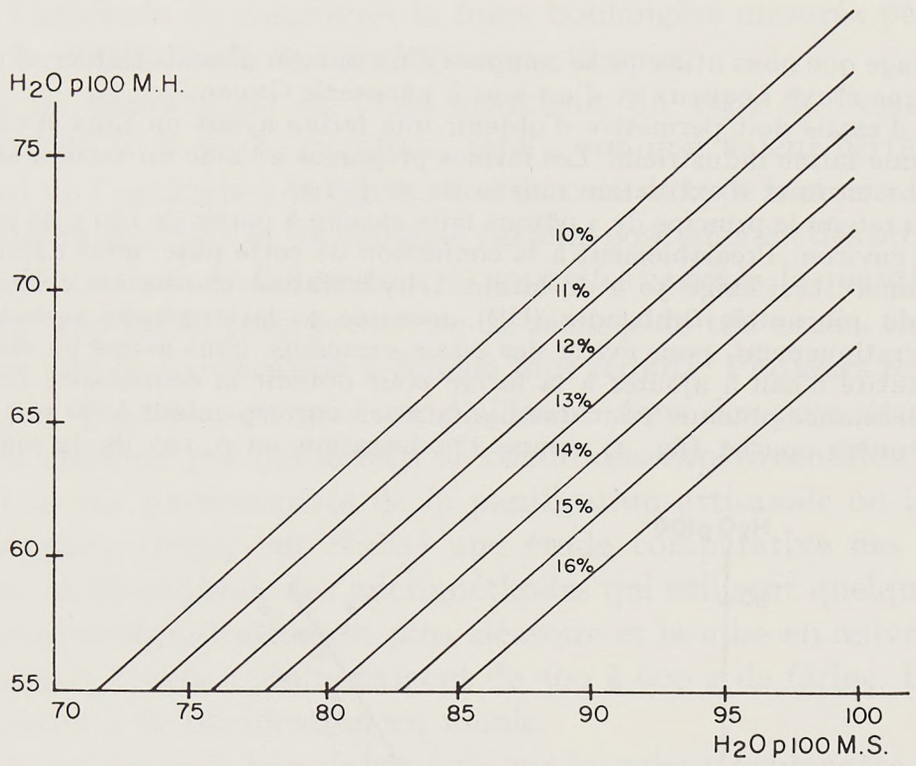


FIG. 2. — *Abaques permettant de déterminer l'hydratation de la pâte en p. 100 de la matière humide* (eau à ajouter) *d'après l'hydratation en p. 100 de la matière sèche selon la teneur en eau initiale de la farine* (de 10 à 16 p. 100)

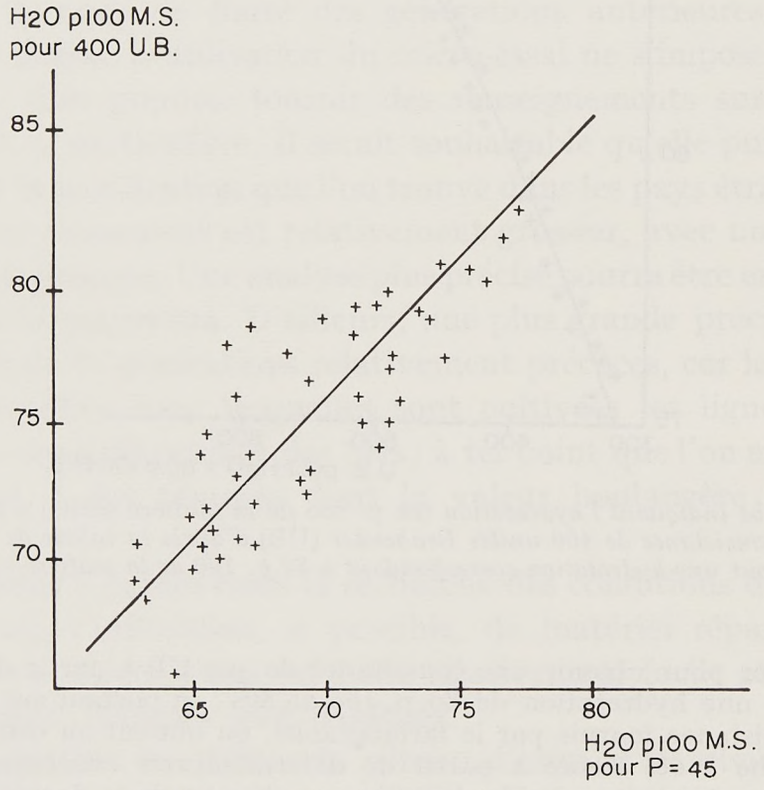


FIG. 3. — *Relation entre l'hydratation* (p. 100 de la MS) *pour P égal à 45 et l'hydratation* (p. 100 de la MS) *pour une consistance de 400 UB* (coefficient de corrélation 0,83)

Pétrissage

La farine (300 g), convenablement hydratée et additionnée de 2 p. 100 de sel et de 1,5 p. 100 de levure, par rapport à la matière sèche, est pétrie dans le pétrin de l'alvéographe Chopin. On fait tourner celui-ci à 60 tr/mn ou à 120 tr/mn pendant 12 minutes, suivant que l'on désire effectuer un pétrissage classique ou un pétrissage intensifié. Nous utiliserons surtout la méthode avec pétrissage intensifié puisque c'est le mode de panification qui prévaut actuellement en boulangerie.

Première fermentation

L'ensemble de la pâte est placé dans une petite cuve métallique (diamètre 20 cm) et mis à fermenter dans l'étuve à 27°C et à 70 p. 100 d'humidité (± 5 p. 100). La fermentation est de 3 heures dans le cas du pétrissage classique et de 1 heure dans le cas du pétrissage intensifié.

Deuxième fermentation

La pâte est divisée en 3 pâtons de 150 g. En attendant de pouvoir effectuer un façonnage mécanique, chacun des pâtons est façonné manuellement sous forme de boule et placé dans un moule cylindrique dont le diamètre du fond mesure 10 cm. Il subit alors, suivant le type de pétrissage, un apprêt de 1 heure ou de 2 heures 20, dans la même étuve que lors de la première fermentation.

Cuisson

La cuisson est effectuée à 260°C pendant 25 minutes en atmosphère humide.

Le critère que nous prenons principalement en considération est le volume que nous comparons au volume d'un témoin toujours présent dans les essais ; ce témoin provient d'une farine industrielle, type 55, aux caractéristiques relativement constantes. Mais pour tenir compte, en plus du volume, de la faculté d'hydratation de la farine, de l'alvéolage de la mie et de l'épaisseur de la croûte, nous effectuons parallèlement un classement inspiré de celui utilisé pour d'autres critères dans le bulletin des variétés de l'I. N. R. A. ; ainsi la valeur boulangère très faible est notée 1, faible 2, passable 3, satisfaisante 4, élevée 5, très élevée 6. Ce classement rend la comparaison des variétés plus aisée à partir des résultats d'années différentes. Cependant, les exploitations statistiques que nous rapporterons ici ne pourront être basées que sur un résultat objectif, le volume. Les volumes des pains obtenus, aussi bien par la méthode standard que par notre méthode réduite, seront exprimés en ml pour 100 g de farine sèche.

Les conditions de cette méthode de panification diffèrent de celles de l'essai standard C. N. E. R. N. A. par les points suivants : les pétrins (celui de l'alvéographe au lieu de pétrins cycloïdaux type Artofex), le poids des pâtons (150 g contre 400 g), et la cuisson qui se fait en moule au lieu d'être sur sole.

III. — RÉSULTATS ET DISCUSSION

Nous avons observé que, dans une telle méthode à échelle réduite, plus encore peut-être que dans une méthode normale, le respect strict des conditions expérimentales est le facteur essentiel de la validité des résultats.

Lorsque nous avons dû choisir les conditions de cet essai de cuisson, nous nous sommes orientés vers la panification en moule. Avant tout, nous y avons vu un avantage pour la répétabilité des pains, la facilité de mesure du volume et une standardisation plus poussée. Mais nous nous sommes assurés au préalable que les résultats des pains obtenus en moule dans les conditions de la méthode standard C. N. E. R. N. A. concordent avec ceux des pains obtenus classiquement sur sole par la même méthode. Une étude portant sur un nombre suffisamment élevé de pains

nous l'a confirmé, aussi bien pour le pétrissage normal que pour le pétrissage intensifié. En effet, dans le cas du pétrissage normal, pour 115 échantillons étudiés provenant de 3 années différentes de récolte, nous avons observé (fig. 4) une corrélation haute-

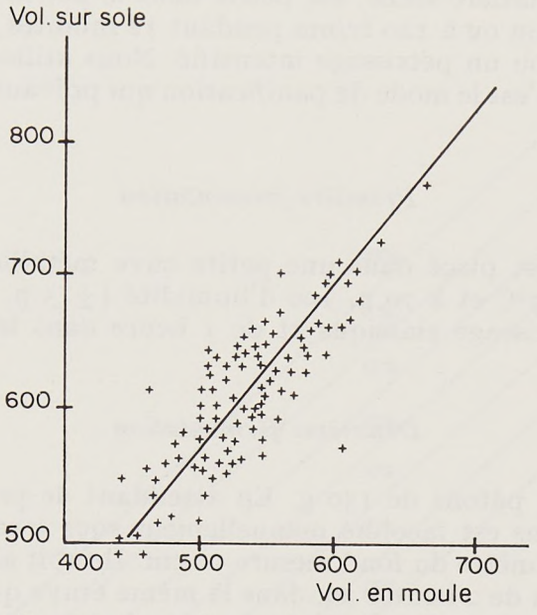


FIG. 4. — *Corrélation entre les volumes des pains obtenus sur sole et en moule par la méthode de panification standard avec pétrissage classique* (coefficient de corrélation 0,81)

ment significative entre les volumes de pains obtenus sur sole et en moule avec un coefficient égal à 0,81 et une équation de régression $V_S = 1{,}278\ V_M - 67{,}22$ où V_S = volume sur sole, V_M = volume en moule.

De même, dans le cas du pétrissage intensifié (fig. 5), pour 144 échantillons, la corrélation, hautement significative aussi, est égale à 0,79 avec une équation $V_S = 1{,}45\ V_M - 223{,}5$.

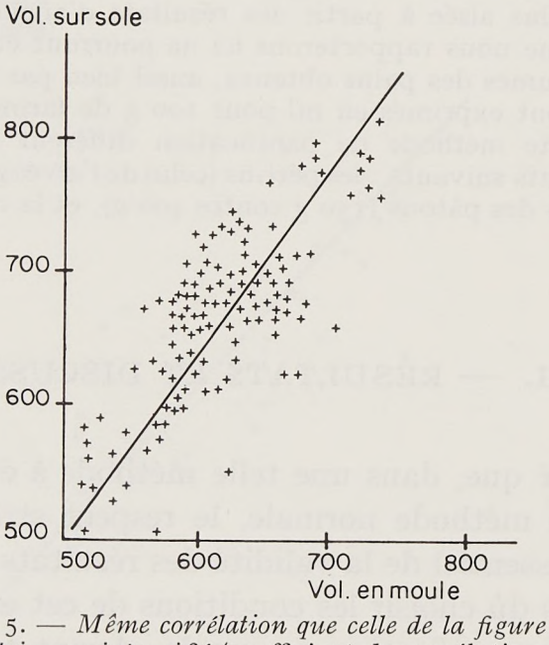


FIG. 5. — *Même corrélation que celle de la figure 4, avec pétrissage intensifié* (coefficient de corrélation 0,79)

La différence des pentes des droites de régression montre que la variation de volume entre les deux types de pétrissage, pour un échantillon déterminé, est un peu plus élevée lorsque la panification est effectuée en moule au lieu d'être réalisée sur sole : la variation en moule est à peu près constante et égale à 120 p. 100 de

celle sur sole. Nous devrons nous en souvenir dans l'exploitation des résultats.

Généralement nous préparons 3 pâtons. La répétabilité est bonne puisque la variation moyenne des résultats est de ± 3 p. 100, la variation maximale étant inférieure à ± 5 p. 100. Ceci rend possible l'utilisation d'un nombre plus restreint de pâtons lorsque l'on est limité par la quantité de farine.

Comparaison des volumes obtenus par la panification à échelle réduite avec ceux de la panification standard (pétrissage intensifié)

Nous avons porté sur la figure 6 les résultats après pétrissage intensifié des panifications réalisées sur sole par la méthode standard comparativement aux résultats de la méthode à échelle réduite. Nous avons utilisé une gamme de farines telle que certaines donnaient des résultats mauvais en panification française parce que les blés étaient soit trop faibles, soit trop forts, tandis que d'autres farines fournissaient des résultats passables ou bons.

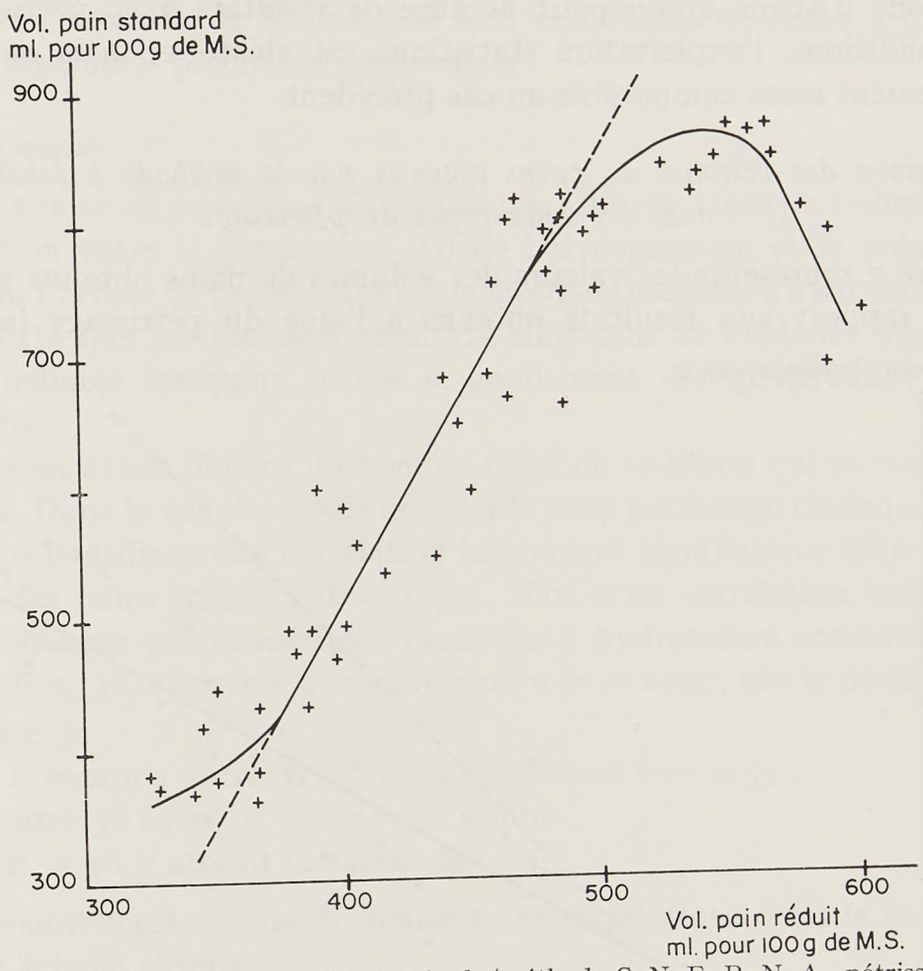


FIG. 6. — *Relation entre le volume des pains standards* (méthode C. N. E. R. N. A., pétrissage intensifié) *et le volume des pains par la méthode à échelle réduite* (pétrissage intensifié)

On observe l'existence de trois zones : dans la zone médiane, la corrélation est linéaire. Cette zone correspond aux farines qui donnent des résultats passables ou bons en panification française. Pour les blés les plus forts ou les plus faibles, la courbe s'infléchit. Dans les deux cas, les résultats de la panification standard subissent un tassement qui ne permet plus de différencier les blés. Ceci est dû au fait que les résultats de pain français sont mauvais, alors que les volumes des pains en moule continuent à suivre une variation dépendant de la force des blés. Pour les blés les plus

forts, on observe, à partir d'une certaine valeur, une inversion du classement qui est le résultat de l'affaiblissement progressif du volume du pain lorsque la force mesurée par le W de l'alvéogramme croît.

Dans la partie où les variations des résultats des deux types de panification sont parallèles, la corrélation est hautement significative et très bonne, puisque la valeur de son coefficient est 0,92 pour 25 échantillons. On voit donc que l'on obtient une bonne corrélation entre les deux techniques de panification pour les échantillons qui donnent des résultats satisfaisants en panification de type français. En dehors de cette zone, la panification à échelle réduite, en moule, permet encore de classer les blés d'après le développement des pains en moule alors que la panification française classique ne donne qu'un résultat uniforme et mauvais. Si notre test de cuisson permet d'apprécier la valeur boulangère intrinsèque, il ne donnera de résultats valables pour la panification française que dans la zone correspondant à des volumes corrects pour ce dernier type de panification.

Le test standard étant de plus en plus employé uniquement avec un pétrissage intensifié, nous n'avons qu'un petit nombre de résultats avec pétrissage normal. Dans ces conditions, l'exploitation statistique est aléatoire, mais nous observons un comportement assez comparable au cas précédent.

Comparaison des volumes de pains obtenus par la méthode à échelle réduite avec les deux types de pétrissage

La figure 7 représente les valeurs des volumes de pains obtenus par pétrissage normal par rapport aux résultats obtenus à l'aide du pétrissage intensifié pour

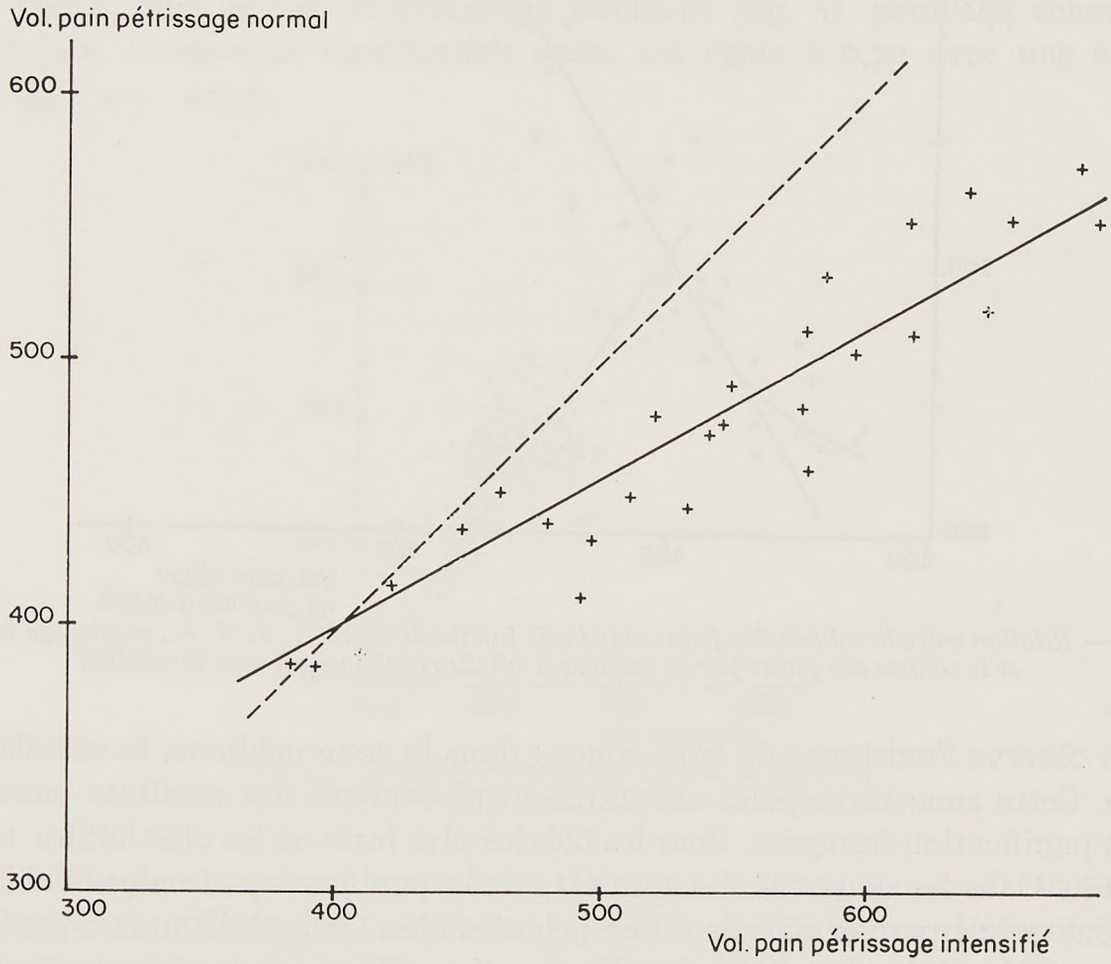


Fig. 7. — *Relation entre les volumes des pains réduits obtenus avec le pétrissage normal et le pétrissage intensifié*

28 échantillons de valeur boulangère très variable. On observe que les points suivent d'assez près une droite moyenne. La comparaison de cette droite avec la bissectrice montre qu'il y a effectivement dans la majorité des cas une nette augmentation du volume avec le pétrissage intensifié.

Cependant, cette variation est à peu près nulle pour les variétés faibles. Elle est égale à 16 p. 100 pour les variétés de panification courante pour atteindre 25 p. 100 et même un peu plus pour les variétés de force.

Relations entre le gonflement de l'alvéogramme corrigé et les volumes des pains
(méthode standard C.N.E.R.N.A. et méthode à échelle réduite)

Nous avons mentionné, au début de cet article, la technique d'obtention d'alvéogrammes à ténacité P constante, mise au point par l'un d'entre nous. Cette recherche d'alvéogrammes à hydratation variable, correspondant à un P égal à 45, a été conçue essentiellement pour l'étude comparée des variétés de blés. On s'est basé sur le fait que les farines courantes de boulangerie sont équilibrées de façon à présenter une courbe possédant un P proche de cette valeur.

Pétrissage classique.

Lors de la mise au point de l'alvéogramme, CHOPIN (1921) a indiqué qu'il existait une relation entre le gonflement (G) de l'alvéogramme et le volume du pain classique. Dans l'article de présentation de la méthode modifiée à hydratation variable, il a été rapporté que les premiers résultats mettaient en évidence une corrélation nettement améliorée lorsqu'on utilise le gonflement corrigé (NURET, SARAZIN et BERRIER, 1970).

Depuis, nous avons obtenu un nombre élevé de résultats qui permet d'apporter des précisions. Dans le cas des essais standards avec pétrissage classique, nous trouvons pour 90 échantillons une corrélation hautement significative entre le G corrigé et le volume des pains (coefficient = 0,75). Mais cette corrélation varie suivant la valeur de P obtenue par la méthode classique à hydratation constante :

— pour $P \leqslant 30$, elle n'est pas significative ($r = 0{,}11$), elle le devient lorsque P dépasse 30 ;
— pour P compris entre 31 et 36, le coefficient $r = 0{,}55$;
— puis entre 36 et 45, $r = 0{,}77$; et enfin
— pour $P \geqslant 46$, r atteint la valeur de 0,84.

Voyons maintenant ce que deviennent ces corrélations dans le cas du test de panification à échelle réduite.

Les résultats obtenus avec pétrissage classique, à partir de 60 échantillons provenant des deux dernières récoltes, mettent en évidence une relation hautement significative, dont le coefficient de corrélation est 0,82. Cette valeur est supérieure à la valeur moyenne obtenue pour la panification standard et elle est comparable à celle de la classe de $P \geqslant 46$. Il est à remarquer aussi que le coefficient conserve la même valeur quelle que soit celle de P, contrairement à l'essai de panification standard. Nous l'avons cependant fait varier dans les mêmes limites. La définition précise de l'hydratation des pâtes joue d'ailleurs un grand rôle dans la valeur de cette relation.

Ce résultat nous conduit à penser que la panification à échelle réduite rend davan-

tage compte de la force des blés. Elle n'est en accord avec l'essai standard que dans une zone bien définie correspondant à l'aptitude des farines à donner du pain français.

Pétrissage intensifié.

A l'inverse des résultats précédents, nous n'avons observé aucune corrélation significative lorsque le pain est préparé avec pétrissage intensifié, aussi bien par la méthode standard que par la méthode à échelle réduite.

Nous nous attachons à voir maintenant quelle peut être la cause de ce désaccord, d'une manière générale, lorsque l'on met en œuvre ce type de pétrissage.

Relations entre les tests d'appréciation de la force des blés et les résultats de panification à échelle réduite (pétrissage intensifié)

Nous venons d'indiquer comment nos résultats suggèrent l'existence d'une relation avec la force des blés. Classiquement, en France, on exprime cette « force boulangère » par le paramètre W de l'alvéogrammе.

Dans d'autres pays, on préfère associer la quantité et la qualité des protéines sous la forme de la teneur en protéines et de l'indice du test de Zélény. Aussi avons-nous cherché à préciser les relations entre ces trois tests de laboratoire et le volume des pains obtenus par la méthode de panification à échelle réduite, avec pétrissage intensifié.

Les calculs statistiques effectués à partir des résultats de 44 échantillons nous indiquent :

— l'existence de corrélation hautement significative entre le volume des pains et, d'une part, le paramètre W, d'autre part, l'indice de Zélény (les coefficients de corrélation sont respectivement $r = 0{,}75$ et $0{,}74$) ;

— l'absence de corrélation significative dans le cas de la teneur en protéines ($r = 0{,}40$).

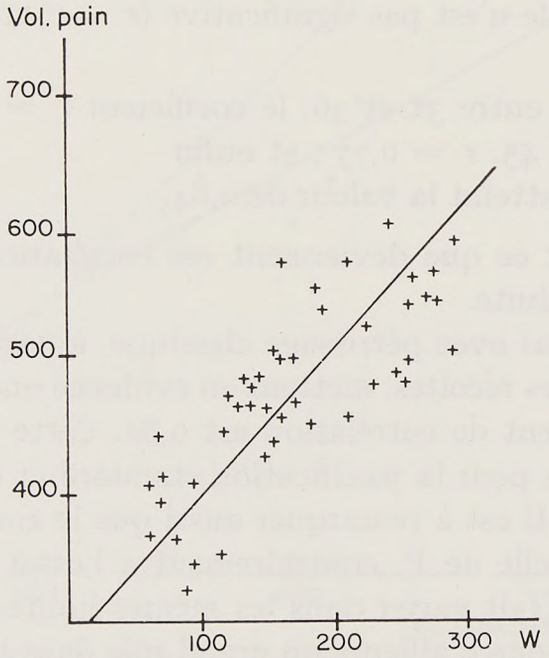


FIG. 8. — *Relation entre le volume des pains à échelle réduite et le W de l'alvéogramme* (coefficient de corrélation 0,75)

Si l'on associe ces résultats au fait que les données alvéographiques W, P et P/L ne sont pas significatives de l'aptitude à la panification dans les conditions actuelles en France, c'est-à-dire avec le pétrissage intensifié (Bourdet, Berrier et Leclercq, 1971), nous voyons l'intérêt de la méthode de panification à échelle réduite qui fournit des résultats significativement reliés à la force boulangère et de la même façon, quelle que soit cette force, comme le montre la figure 8. Évidemment, le coefficient de 0,75 n'est pas très élevé et nous observons une certaine dispersion. L'essai de panification fournit assurément des renseignements plus précis sur l'aptitude à la panification que le W.

Le tableau I rassemble les corrélations que nous venons d'indiquer.

TABLEAU I

Relations entre les divers tests étudiés

Tests		Corrélations
Panification C.N.E.R.N.A. cuisson sur sole :		
avec pétrissage classique	panific. C.N.E.R.N.A. cuisson en moule pétrissage classique	S
	G alvéographique corrigé	S (dans certaines limites de P)
avec pétrissage intensifié	panific. C.N.E.R.N.A. cuisson en moule pétrissage intensifié	S
	G alvéographique corrigé	NS
Panification à échelle réduite :		
avec pétrissage classique	panific. à échelle réduite, pétrissage intensifié	S
	G alvéographique corrigé	S
avec pétrissage intensifié	panific. C.N.E.R.N.A. pétrissage intensifié	zone médiane S zones extrêmes NS
	G alvéographique corrigé	NS
	W alvéographique	S
	Test de Zélény	S
	Teneur en azote	NS

Signification des abréviations :
S : corrélations significatives ou hautement significatives ;
NS : corrélations non significatives.

IV. — CONCLUSION

A la lumière de ces résultats, il nous semble que ce test de panification à échelle réduite peut constituer un outil appréciable pour l'estimation de la valeur boulangère au niveau de la sélection. Il prend d'autant plus de valeur que les analyses classiques

de laboratoire ont perdu une grande partie de leur signification depuis l'introduction du pétrissage intensifié, comme nous l'avons déjà indiqué.

Ce test à échelle réduite correspond bien aux études que nous devons mener. Nous estimons avoir ainsi la possibilité de classer les blés suivant leur valeur d'utilisation en boulangerie en dehors de toute technique particulière de panification. Le classement que l'on peut en tirer est valable tout au long de la gamme de forces telles que les apprécie l'alvéographe par exemple, tout au moins pour les blés produits en Europe. Cette méthode nous permet de déterminer l'aptitude des variétés à la panification française. De plus, l'analogie de nos conditions avec celles des méthodes utilisées dans les pays voisins de la France laisse penser que nos résultats doivent fournir des renseignements valables pour les pays de la Communauté européenne. Nous essaierons de préciser les limites de cette transposition au fur et à mesure des analyses communes que nous pourrons effectuer. Les quelques résultats déjà obtenus semblent nous montrer que la concordance est satisfaisante.

La comparaison des résultats du G modifié avec ceux de notre test de panification montre bien la relation qui existe lorsque le pétrissage est fait dans les conditions classiques. La divergence est complète lorsque le pétrissage est intensifié, comme dans le cas de la panification réelle. Si l'étude du G modifié peut constituer un premier élément d'appréciaiton dans certains cas, le test de cuisson à échelle réduite constitue actuellement le critère le plus valable pour l'appréciation de la valeur boulangère au niveau de la sélection. Cependant, notre laboratoire cherche, en plus, à adopter certaines méthodes chimiques ou physiques de façon à ce qu'elles fournissent des renseignements utilisables avec les nouvelles conditions de la panification.

Reçu pour publication en novembre 1972.

REMERCIEMENTS

Tous les résultats de panification standard que nous avons mentionnés ont été obtenus par M. Calvel, professeur de boulangerie à l'École nationale supérieure de Meunerie et des Industries céréalières ; nous le remercions ici bien vivement pour la collaboration qu'il accepte ainsi de nous apporter dans l'étude des variétés que nous devons mener.

SUMMARY

SIGNIFICANCE OF A REDUCED-SCALE BREADMAKING TEST

This test of breadmaking has been performed in order to give information at the level of the selection. Therefore, it is an assay on a reduced scale made in mould from a kneaded paste in the Chopin's alveograph dough-trough. The objective parameter is the measure of the volume.

The interest of thist test consists in the classification of samples all along the range. In the part where the wheat strengths concurred with the requirements of the french breadmaking, the correlation is highly significative ($r = 0{,}92$). A part from this zone, the reduced-scale breadmaking test gives information too which are especially useful in the kinds of breadmaking in other countries.

A study of the relations between the volumes of breads and the swelling of modified alveogram confirms this interest and shows that this breadmaking test largely depends on the alveogram parameters when the breadmaking is carried out whith the conventionnal kneading and not whith an intensive one. Some assays done on a real scale are in the same plight.

RESUMEN

SIGNIFICACIÓN DE UN ENSAYO DE PANIFICACIÓN A ESCALA REDUCIDA

Un ensayo de panificación a escala reducida ha sido utilizado para estudiar las nuevas variedades de trigos en función de su valor en panadería. La comparación del volumen de los panes obtenidos por este método y el volumen de los panes de fabricación corriente demuestra una perfecta concordancia para los trigos que convienen para la panificación francesa. La clasificación difiere en los demás casos, ya que el método a escala reducida presenta la ventaja de poder comparar los trigos, sea cual fuere su fuerza (medida por el W del alveograma Chopin). Se observa que existe una perfecta relación entre los resultados de este ensayo de panificación y los valores del hinchamiento del alveograma cuando se utiliza el amasado convencional. Pero, asi como ocurre en el caso de la panificación corriente, esta relación deja de existir cuando se intensifica el amasado.

RIASSUNTO

SIGNIFICATO DI UNA PROVA DI PANIFICAZIONE SU SCALA RIDOTTA

E'stata effettuata una prova di panificazione su scala ridotta per studiare le nuove varietà di grano in funzione del loro valore per la panetteria. Il confronto del volume del pane ottenuto con questo metodo e il volume del pane di produzione corrente mostra che vi è una buonissima concordanza per i tipi di grano che convengono alla produzione francese. La classifica differisce negli altri casi, giacchè il metodo su scala ridotta presente il vantaggio di poter confrontare i tipi di grano qualunque sia la loro forza (misurata del W dell' alveogramma Chopin). Si nota che esiste una ottima relazione tra i risultati di questa prova di panificazione e i valori di gonfiamento dell'alveogramma con l'impastatura classica. Ma, comme nel caso della panificazione corrente, questa relazione non esiste più quando l'impastatura è intensificata.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Bourdet A., Leclercq J. R., 1970. Sur les critères d'appréciation de la qualité boulangère des blés au niveau européen. *Techn. Industr. céréal.*, (127), 3-21.

Bourdet A., Berrier R., Leclercq J. R., 1971. Signification technologique des critères dont dispose la sélection pour apprécier l'aptitude boulangère des variétés nouvelles. *Meun. fr.*, (275-276), 1-22.

Calvel R., 1968. Le comportement des principales variétés de blés français de la campagne 1965-1966. *Bull. anc. Élèves Éc. fr. Meun.*, (224), 73-83.

Chopin M., 1921. Relations entre les propriétés mécaniques des pâtes de farine et la panification. *C. R. Acad. Sci.*, **172**, 450-452.

Nuret H., Sarazin J., Berrier, R., 1970. Obtention d'alvéogrammes à P constant. *Bull. anc. Élèves Éc. fr. Meun.*, (235), 34-39.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (1), 35-44.

RECHERCHES SUR L'ARÔME DE LA PÊCHE

I. — Évolution des constituants volatils au cours de la maturation de la variété *Cardinal*

C. BAYONOVE
avec la collaboration technique de R. Ratier

Station de Technologie des Produits végétaux,
Centre de Recherches I. N. R. A.,
34060 Montpellier

RÉSUMÉ

L'évolution de certains constituants de la pêche *Cardinal* a été étudiée au cours de la maturation sur l'arbre et en clayettes.

La maturation en clayettes se traduit :

a) par une production moindre de substances volatiles dont la concentration dans le fruit reste cependant à peu près équivalente à celle du fruit resté sur l'arbre ;

b) par un remaniement différent des sucres et de l'acidité.

Certains constituants volatils dont l'odeur rappelle l'arôme de la pêche, la γ-décalactone en particulier, ont été mis en évidence et pourraient être pris en considération pour établir des critères objectifs de qualité.

Mots clés : *pêche, arôme, maturation.*

I. — INTRODUCTION

Les constituants volatils majeurs de la pêche sont assez bien connus puisque un peu plus d'une soixantaine ont été, à l'heure actuelle, identifiés. Parmi eux on trouve des hydrocarbures, des alcools et acides libres, des esters et des lactones (Jennings et Sevenants, 1964 ; Sevenants et Jennings, 1966 ; Chiris, 1967 ; Do, Salunkhe et Olson, 1969). Certaines lactones ont une odeur très semblable à celle qui carac-

térise la pêche ; la γ-undécalactone en particulier est utilisée couramment dans la reconstitution de cet arôme, bien qu'elle n'ait pas été signalée dans ce fruit. Ces substances, très bien représentées dans la pêche, jouent un rôle important dans la formation de l'arôme (Do, Salunkhe et Olson, 1969).

Les substances volatiles évoluent au cours de la maturation. Il a été démontré dans certaines variétés que leur concentration diffère suivant le stade de maturité atteint. Elles se trouvent en concentration plus élevée dans les pêches mûries sur l'arbre (Do, Salunkhe et Olson, 1969).

L'étude des fruits en cours de maturation permet, d'une part, de mettre en évidence les composés caractéristiques de l'arôme qui se forment, et d'autre part d'étudier objectivement les conditions optimales de leur développement pour assurer la qualité aromatique du fruit. Ainsi, dans ce travail sur la variété *Cardinal*, les composés les plus caractéristiques de l'arôme de la pêche sont recherchés et leur évolution est suivie dans le temps en étudiant par des prélèvements échelonnés l'état de maturité moyen atteint par les fruits qui mûrissent sur l'arbre. Cette évolution est comparée à celle qui se produit lorsque le fruit mûrit artificiellement en clayettes aérées à température ambiante.

II. — MATÉRIEL UTILISÉ ET MÉTHODES EXPÉRIMENTALES

A. — *Matière première*

Dans un verger homogène, de variété *Cardinal*, un arbre a été choisi pour effectuer six prélèvements dans la période du 21 juin au 8 juillet 1971.

A chaque cueillette on prélève au hasard, sur toutes les faces de l'arbre et à différentes hauteurs, vingt fruits de « gros calibre » et vingt de « petit calibre » que l'on peut classer respectivement, suivant les normes commerciales internationales, en fruits des catégories C et D en début de cueillette, B et C à la fin. Les premiers prélèvements coïncident avec les trois ramassages effectués par le propriétaire du verger. Les suivants ont lieu régulièrement sur l'arbre choisi jusqu'à ce que les fruits soient bien mûrs. Au cours de la première cueillette, un certain nombre de fruits sains, de calibre moyen, sont ramassés et mis à mûrir en clayettes aérées à température ambiante.

B. — *Méthodes d'analyse*

1. *Analyse des substances volatiles.*

a) *Extraction.*

Les analyses sont faites sur des lots de vingt fruits. Après dénoyautage, chaque lot est broyé à l'aide d'un broyeur type « Waring-Blendor ». Une partie du broyat destinée à l'analyse du jus est mise de côté ; sur le reste, on extrait les constituants volatils dans les conditions suivantes.

Un litre de broyat additionné, pour limiter l'oxydation, de 1 g d'acide ascorbique, de 25 ml d'une solution d'acide citrique (100 g/100 ml d'eau) et de 300 ml d'eau est distillé sous vide à 50°C dans un évaporateur rotatif muni d'une colonne de reflux jusqu'à l'obtention d'un litre de distillat. Les distillats recueillis sont ensuite extraits au pentane selon une technique décrite par ailleurs (Bayonove et Cordonnier, 1971). Les extraits pentaniques réduits par rectification jusqu'à un volume de 0,2 ml environ sont additionnés de 8 µl d'une solution de benzophénone à 0,1 p. 100 qui servira d'étalon interne pour comparer les divers extraits.

b) *Analyse par chromatographie en phaze gazeuse.*

L'appareil utilisé est un Aerograph 1440 à ionisation de flamme et programmation linéaire de température équipé d'un enregistreur Varian 20. Les analyses sont faites par injection de 2 µl d'extrait sur une colonne (10 pieds, 1/8 de pouce, acier inoxydable) de carbowax 20 M à 10 p. 100 sur chromosorb W 80/100 mesh lavé aux acides. La température du four est maintenue à 195°C. Les débits d'azote, d'hydrogène et d'air sont fixés respectivement à 20 ml/mn, 25 ml/mn et 300 ml/mn.

Une dérivation en sortie de colonne permet d'apprécier l'odeur des substances séparées.

Sur les chromatogrammes, chaque pic est repéré par le logarithme de son temps de rétention relatif à celui de la benzophénone et caractérisé par la surface relative à celle-ci. Les rapports obtenus sont comparables d'un extrait à un autre, de plus ils sont directement fonction des quantités de substances extraites. Chaque valeur de surface relative, calculée pour une même quantité de purée de pêche (tabl. 2, lignes 1), a été ramenée à la valeur correspondante pour un fruit (tabl. 2, lignes 2). Au résultat le plus élevé on a attribué le nombre 100, les autres ont été calculés proportionnellement à ce chiffre.

Pour préciser la nature de certaines substances, les concentrés d'arôme ont été également chromatographiés en présence de composés connus : γ-valérolactone, γ-octalactone, γ-undécalactone, dans les mêmes conditions chromatographiques et aussi sur des colonnes renfermant des phases stationnaires liquides différentes : SE 30, Emulphor 0 à 10 p. 100 sur chromosorb W lavé aux acides.

2. *Analyse du jus.*

Pour chaque lot de pêche, une part du broyat est mise à filtrer. Sur le jus obtenu on effectue les mesures de pH, d'acidité et le dosage des sucres totaux et réducteurs.

III. — RÉSULTATS

A. — *Analyse des sucres et de l'acidité* (tabl. 1)

L'acidité du jus décroît très régulièrement au cours de la maturation pour les « gros calibres », pour les « petits calibres » et en maturation artificielle, mais dans ce cas le fruit mûr conserve une acidité de 4,31 alors que pour la pêche restée sur l'arbre elle est au même stade de 3,15 pour les « gros calibres » et de 2,5 pour les « petits calibres ».

Le pH croît. Si on examine l'évolution des sucres des fruits mûris sur l'arbre ou conservés en clayettes, on constate chez les premiers un enrichissement en sucres qui est le fait du saccharose et chez les seconds des sucres réducteurs. Par ailleurs, le rapport saccharose/acidité est nettement plus élevé à maturité dans les fruits mûris sur l'arbre.

B. — *Analyse des substances volatiles* (tabl. 2)

Le « profil aromatique » tel qu'il est présenté (fig. 1) néglige un nombre important de fractions sans relation olfactive avec l'odeur de la pêche. En effet, si nous sentons les substances à la sortie de la colonne, nous pouvons constater que de nombreuses fractions sont très odorantes ; cependant, ce n'est qu'à partir de la fraction — 1,59 que l'odeur caractéristique de la pêche se révèle. Elle persiste, plus ou moins nuancée de notes grasses ou cireuses, dans les différentes fractions qui apparaissent ensuite. L'évolution de ces fractions au cours de la maturation a été suivie plus particulièrement (tabl. 2). On constate que celles-ci augmentent lorsque l'on approche du stade où le fruit est mûr. Ce sont les pics — 1,59, — 1,63, — 1,73 qui varient le plus et ce sont aussi les plus odorants. Les pics — 1,59 et — 1,73 ont une odeur de pêche, — 1,63 une odeur de noix de coco.

On constate aussi que le taux des substances correspondant à ces fractions atteint dans les fruits mûris en clayettes un niveau à peu près égal à celui atteint dans les fruits mûris sur l'arbre. Par exemple, le pic — 1,59, le plus caractéristique, est,

TABLEAU I

Évolution des sucres et de l'acidité dans le jus de la pêche Cardinal *au cours de la maturation*

	Fruits de « petit calibre » mûris sur l'arbre						Fruits de « gros calibre » mûris sur l'arbre						Fruits mûris en clayettes (cal. C)		
	21-6	24-6	28-6	1-7	5-7	8-7	21-6	24-6	28-6	1-7	5-7	8-7	22-6	25-6	2-7
Acidité (SO_4H_2 g/l de jus)	6,02	5,39	3,82	4,15	2,95	2,5	5,39	5,09	4,11	4,55	3,6	3,15	5,48	4,9	4,31
pH.....	3,46	3,52	3,55	3,55	3,70	3,80	3,45	3,5	3,5	3,52	3,63	3,66	3,5	3,55	3,60
Sucre total (g/l de jus)	75,25	71,25	69,7	76,4	78,7	89,2	79,1	72	77,6	92,9	98,75	103,9	80,7	85,6	87,95
Sucres réducteurs (g/l de jus)....	19,8	18,45	16,2	19,1	16,2	15,2	19,02	15,2	14,9	16,2	15,8	17,15	20,6	21,4	27,50
Saccharose (g/l de jus)	52,67	50,16	50,82	54,43	59,37	70,3	57,07	53,96	59,56	72,86	78,80	82,41	57,09	60,99	57,42
$\frac{\text{Saccharose}}{\text{Acidité}}$	8,74	9,30	13,30	13,11	20,12	28,12	10,58	10,6	14,49	16,01	21,88	26,16	10,41	12,44	13,32

TABLEAU 2

TABLEAU 2

Évolution de certaines substances caractéristiques de l'arôme de la pêche Cardinal *au cours de la maturation*

Indice des pics		Fruits de « petit calibre » mûris sur l'arbre						Fruits de « gros calibre » mûris sur l'arbre						Fruits mûris en clayettes (calibre C)		
		21-6	24-6	28-6	1-7	5-7	8-7	21-6	24-6	28-6	1-7	5-7	8-7	22-6	25-6	2-7
— 1,59 (γ-décalactone)	(1)	0,87	3,07	4,28	20,42	46,33	55,35	1,73	3,44	7,91	16,15	41,68	51,67	2,49	34,72	100
	(2)	0,95	3,28	4,35	21,67	65,17	77,74	2,29	3,81	11,46	24,81	80,84	100	2,78	35,6	67,80
	(3)	45	28	43	59	61	67	37	30	43	51	62	58	31	54	67
— 1,63	(1)	0,76	2,50	3,34	10,94	22,72	23,52	1,87	3,78	6,76	10,13	20,45	29,96	3,89	25,02	40,10
	(2)	0,83	2,67	3,40	11,65	31,96	33,04	2,48	4,18	9,80	15,57	39,48	60,01	4,35	25,87	27,17
	(3)	40	23	33	31	30	28	41	33	36	32	30	35	49	39	27
— 1,73	(1)				1,01	1,96	1,60			0,75	1,16	2,17	2,92			2,93
	(2)				1,04	2,76	2,22			1,09	1,75	4,21	5,66			1,98
	(3)				2,8	2,8	1,9			4	3,6	3,2	3,3			1,9
— 1,76	(1)		2,50	0,99	0,57	1,48		0,46	1,87	1,25	1,37	+	+	+	1,98	
	(2)		2,68	1	0,60	2,09		0,62	2,07	1,82	2,09				1,98	
	(3)		2,3	9,8	1,6	1,9		10,2	16,6	6,8	4,3				3	
— 1,78	(1)	+	+	+	+	1,30	1,18					0,76	0,91	0,49	+	2
	(2)					1,82	1,65					1,48	1,75	0,55		1,34
	(3)					1,7	1,4					1,1	1	6,2		1,3
— 1,85	(1)	0,22	1,75	1,06	1,04	1,40	0,95	0,33	1,59	1,23	1,46	1,34	1,22	0,91	1,74	2,95
	(2)	0,24	1,87	1,07	1,11	1,95	1,31	0,44	1,77	1,78	2,22	2,59	2,36	1,02	1,78	1,98
	(3)	11	16	10	3	1,8	1,1	7,2	14	6,6	4,6	2	1,4	11	2,7	1,97
0,14	(1)	0,06	0,64	0,30	0,66	0,27	0,18	0,04	0,54	0,32	0,70	0,34	0,13	0,11	0,36	0,34
	(2)	0,06	0,69	0,30	0,70	0,37	0,23	0,06	0,60	0,47	1,07	0,64	0,23	0,12	0,36	0,20
	(3)	2,9	6	3	1,9	0,3	0,2	1	4,8	1,7	2,2	0,5	0,1	1,3	0,5	0,2
0,17	(1)		0,22			0,15		0,13		0,21	0,29		0,17		0,18	
	(2)		0,24			0,20		0,17		0,31	0,45		0,33		0,19	
	(3)		2,1			0,2		2,8		1,2	0,9		0,2		0,3	
Somme des valeurs portées en (2) .		2,08	11,43	10,12	36,77	106,3	116,19	6,06	12,43	26,66	47,96	129,24	170,34	8,82	65,61	100,47

(1) Quantités relatives correspondant à un même volume de purée de pêche.
(2) Quantités relatives correspondant à l'unité fruit.
(3) Pourcentage d'un « pic » par rapport à la somme totale des quantités relatives correspondant à l'unité fruit (somme des valeurs portées en (2)).
\+ Pic présent : non mesurable.

lorsque le fruit est mûr, supérieur à celui des fruits mûris sur l'arbre (tabl. 2, ligne 1). Cependant si l'on tient compte du grossissement du fruit et si l'on considère l'unité fruit, il y a davantage de cette substance dans les fruits mûris sur l'arbre (tabl. 2,

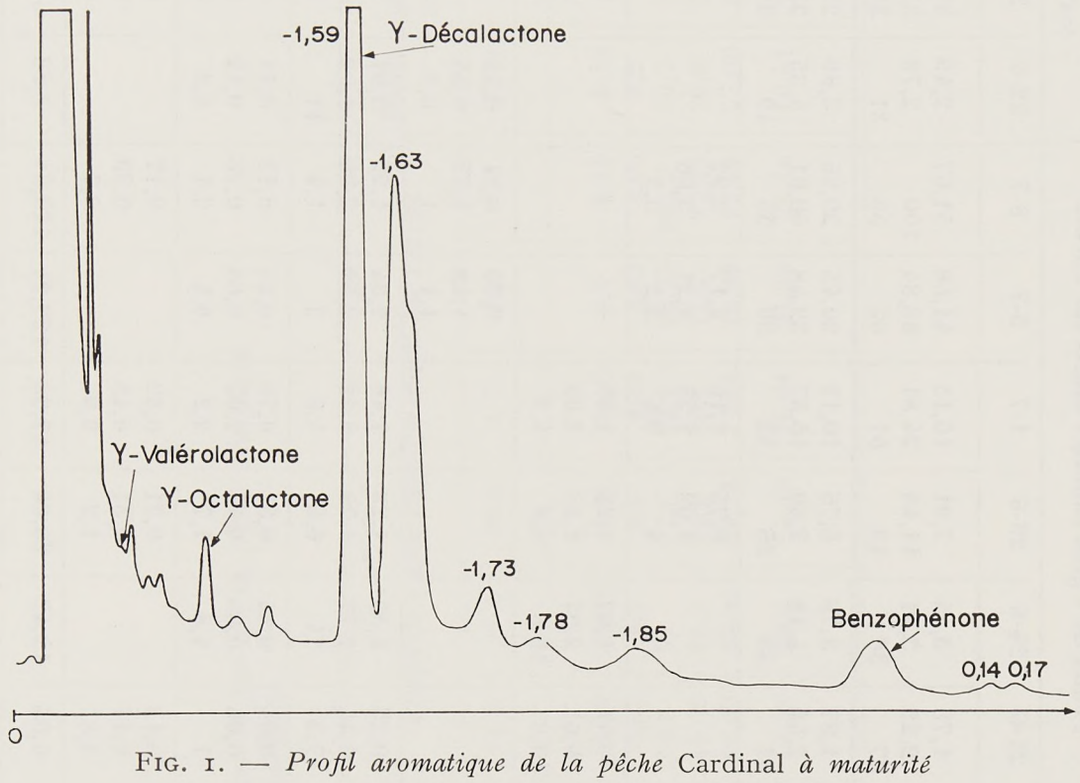


FIG. 1. — *Profil aromatique de la pêche* Cardinal *à maturité*

ligne 2). Mais dans ce cas encore, la valeur atteinte à maturité dans les fruits mûris artificiellement est très proche de celle des « petits calibres » mûris sur l'arbre. Par contre, pour un même temps de maturation, les taux atteints par les fruits mûris en clayettes sont supérieurs à ceux des fruits restés sur l'arbre. Par exemple, après onze jours de maturation en clayettes, le pic — 1,59 prend la valeur 100 alors qu'il atteint 21,67 pour les « petits calibres » et 16,15 pour les « gros calibres » restés sur l'arbre. Les différences sont un peu moins fortes lorsque l'on considère l'unité fruit, mais subsistent tout de même (tabl. 2, lignes 1 et 2).

La nature de la fraction — 1,59 a pu être précisée. La γ-décalactone présente bien avec elle, sur trois colonnes différentes, le même temps de rétention. Les γ-valérolactone et γ-octalactone ont de même été repérées dans le milieu, mais elles n'ont pas l'odeur de pêche.

IV. — DISCUSSION ET CONCLUSION

Sans avoir recherché systématiquement à identifier les constituants volatils mis en évidence, la nature de certains d'entre eux a pu être précisée, à savoir la γ-valérolactone, la γ-octalactone et la γ-décalactone. La présence de ces lactones a d'ailleurs déjà été signalée dans d'autres variétés (JENNINGS et SEVENANTS, 1964 ; SEVENANTS et JENNINGS, 1966 ; DO, SALUNKHE et OLSON, 1969).

Certaines substances se signalent par leur odeur très ressemblante à celle de la

pêche, en particulier la γ-décalactone et un composé de la fraction — 1,73 dont les temps de rétention sur deux colonnes, trouvés identiques à ceux de la γ-undécalactone, nous avaient fait penser à sa présence parmi les constituants volatils de la pêche *Cardinal*, bien qu'elle n'ait pas encore été signalée dans la pêche. Elle n'a pas pu être identifiée à cette lactone. Ces substances à l'odeur très caractéristique de pêche doivent donc participer à l'arôme de ce fruit.

Les pêches en clayettes semblent mûrir plus rapidement puisqu'elles sont mûres et consommables au bout de onze jours alors que les pêches restées sur l'arbre ne le sont qu'au bout de dix-huit jours, ce que confirment les résultats du tableau 2 (lignes 1 et 2). Mais il faut tenir compte du fait très important que les fruits sont dans des conditions tout à fait différentes de maturation qui rendent quelque peu aléatoire la comparaison du degré de maturité atteint dans le même temps par les fruits mûris en clayettes et sur l'arbre. Pour cette raison, il est préférable de comparer les fruits au moment où ils sont mûrs et prêts à être consommés.

D'un point de vue quantitatif, les taux de constituants volatils atteints après dix jours de maturation artificielle sont du même ordre (tabl. 2, lignes 2) ou plus élevés (tabl. 2, lignes 1) que ceux atteints par un fruit de petit calibre mûri sur l'arbre après dix-huit jours de maturation. On constate aussi (tabl. 2, lignes 3) que le pourcentage de chaque substance par rapport à leur somme totale est le même pour les petits fruits mûris sur l'arbre et pour les pêches mûries artificiellement. Si l'on considère qu'au cours des dégustations les volumes de pêche que l'on ingère sont à peu près équivalents, il est évident que dans ce cas, avec les pêches mûries artificiellement, on absorbe, en raison de la concentration plus grande, davantage de substances volatiles (tabl. 2, lignes 1). Vue sous cet aspect gustatif et quantitatif, la maturation artificielle telle qu'elle a été réalisée peut apparaître *a priori* peu dommageable pour la variété considérée.

Ces résultats (tabl. 2, ligne 1) paraissent en contradiction avec ceux de Do, Salunkhe et Olson (1969) qui ont mis en évidence un déficit de production de substances volatiles dans les fruits mûris artificiellement par rapport aux fruits ramassés mûrs sur l'arbre. En fait, l'évolution de la teneur des différentes substances est masquée par l'effet de dilution dû à la croissance des fruits sur l'arbre qui, lorsqu'ils sont cueillis mûrs, pèsent 1,57 fois plus pour les « petits calibres » et 2,18 fois plus pour les « gros calibres » que les pêches mûries artificiellement. Ces dernières ne changent pratiquement pas de poids (perte de 5 p. 100 en dix jours). Les analyses sont faites sur un même volume de « purée » de pêche (1 000 ml) qui représente 97,19 p. 100 du broyat de vingt fruits dans le cas des pêches mûries artificiellement et seulement 46,93 p. 100 dans le cas des « petits calibres » mûris sur l'arbre et 34,05 p. 100 dans celui des « gros calibres ». Dès lors, si l'on considère l'unité fruit, en tenant compte de ce facteur de dilution, on constate par exemple pour la γ-décalactone qu'il y a bien eu une production supérieure de cette substance dans les fruits ayant atteint leur état de maturité sur l'arbre (tabl. 2, ligne 2). Il y a un déficit de cette substance lors de la maturation artificielle, comme cela a été démontré (Do, Salunkhe et Olson, 1969), mais beaucoup moins marqué cependant. Ceci peut être dû à plusieurs causes.

Tout d'abord à la conduite des essais ; l'expérience décrite ici a été menée dans le temps, ce qui a permis de suivre l'état physiologique moyen des fruits à des époques différentes.

Ensuite au choix de la date de cueillette des fruits qui doivent mûrir artificielle-

ment. En effet, Lim et Romani (1964) ont déjà remarqué que la vitesse de formation des produits volatils après la cueillette dépend fortement du stade de maturité au moment de celle-la. Or on peut remarquer ici que c'est à partir de la troisième cueillette que l'évolution des substances principales dans les fruits restés sur l'arbre devient la plus importante (fig. 2, tabl. 2). Il y a donc à un moment donné induction de ce développement. Suivant que la cueillette a lieu avant ou après ce stade inductif, il se peut que les valeurs en produits volatils atteintes en fin de maturation artificielle soient différentes.

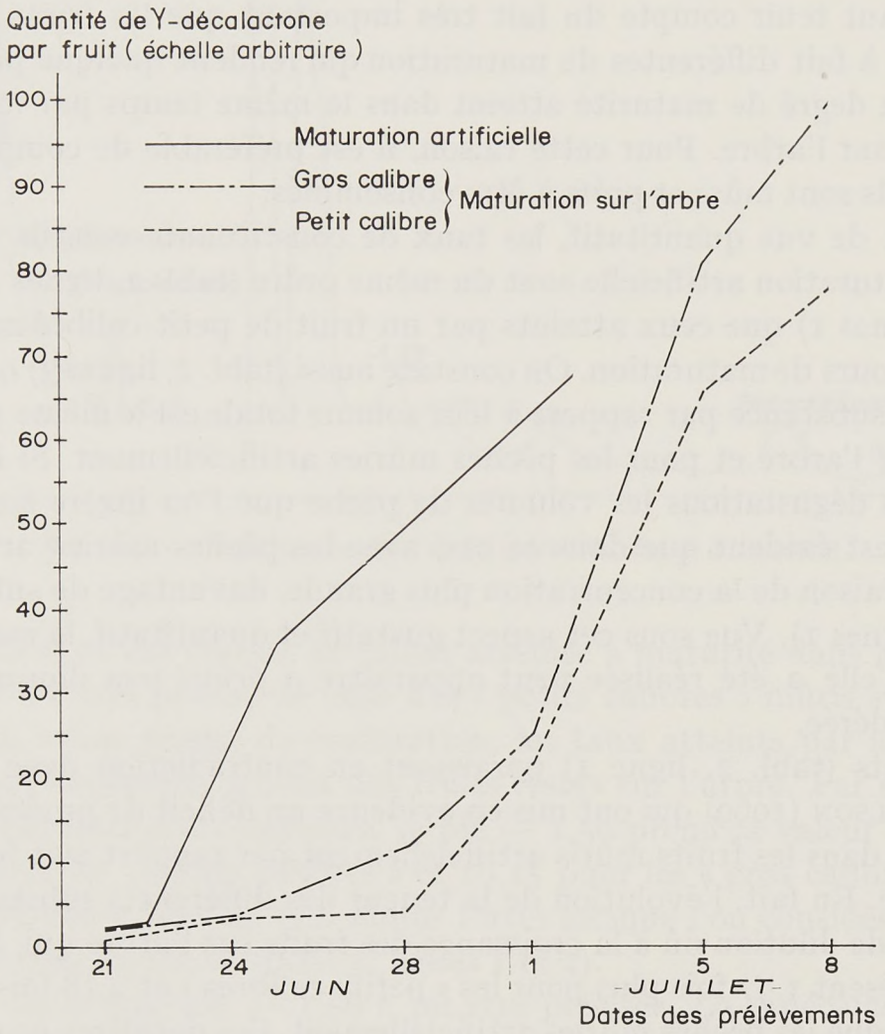


Fig. 2. — *Évolution de la γ-décalactone au cours de la maturation de la pêche* Cardinal

Enfin, il est possible, bien que cela n'ait pas encore été signalé, que les diverses variétés aient des aptitudes différentes à produire des substances volatiles en plus ou moins grande abondance au cours d'un mûrissement artificiel.

Dans les chromatogrammes obtenus, il n'apparaît pas de substances spécifiques de la maturation artificielle, on observe seulement des variations quantitatives. C'est le cas notamment des pics — 1,73 et — 1,85 qui affichent à maturité un même pourcentage par rapport à la somme des autres (tabl. 2, ligne 3) en maturation artificielle, tandis que les taux restent différents pour la maturation sur l'arbre des « gros calibres » et « petits calibres ». On constate aussi pour la γ-décalactone que son pourcentage par rapport à la somme des autres substances (tabl. 2, ligne 3) croît de 21 p. 100 pour les « gros calibres » (37 à 58 p. 100), de 22 p. 100 pour les « petits calibres » (45 à 67 p. 100) et de 36 p. 100 pour les fruits mûris arti-

ficiellement (31 à 67 p. 100). La teneur de cette substance augmente alors que celle des autres semble diminuer. Par exemple, la fraction — 1,63 (tabl. 2, ligne 3) perd 12 p. 100 (40 à 28 p. 100) pour les « petits calibres », 6 p. 100 pour les « gros calibres » (41 à 35 p. 100) et 22 p.100 pour les fruits mûris artificiellement (49 à 27 p. 100). Ces résultats soulignent l'importance que prend la γ-décalactone relativement aux autres substances au cours de la maturation et c'est en maturation artificielle qu'elle est la plus accusée. Dans ce cas, si l'on considère la maturation sur l'arbre comme témoin, on peut dire qu'il y a excès de concentration d'une substance par rapport aux autres, excès qui peut influencer défavorablement le dégustateur.

En ce qui concerne l'évolution des sucres et de l'acidité, on constate que les jus des fruits mûris artificiellement ont une acidité élevée et une teneur en sucres réducteurs sensiblement plus forte que les jus des fruits mûris sur l'arbre, comme si au cours de la conservation sur clayettes on assistait à une moindre combustion des acides et à une certaine hydrolyse des réserves glucidiques condensées du fruit. Bien que les résultats soient rapportés au litre de jus, on peut admettre, comme cela a été proposé pour la pulpe (Souty, Perret et André, 1967) que ces deux facteurs permettent d'apprécier la saveur sucrée du fruit. Le rapport saccharose/acidité est nettement plus élevé dans le cas des fruits mûris sur l'arbre, ce qui peut expliquer que ces fruits paraissent moins acides à la dégustation.

L'ensemble de ces résultats tend à montrer que dans les fruits mûris artificiellement les substances fixes et volatiles qui s'y trouvent n'y sont pas forcément en défaut mais en proportion différente par rapport à l'équilibre naturel qui existe dans le fruit mûri normalement sur l'arbre, ce qui tend en définitive à modifier sa saveur.

Reçu pour publication en décembre 1972.

REMERCIEMENTS

Nous remercions M. Hugard, Villemur et Clanet, du laboratoire d'Arboriculture fruitière de Montpellier, pour leurs conseils et l'aide qu'ils nous ont apportée pour le choix et la cueillette des fruits.

Nous remercions également M. Montlauzin, propriétaire, conseiller agricole à la Chambre d'Agriculture, d'avoir eu l'obligeance de nous fournir les pêches nécessaires à ce travail.

SUMMARY

RESEARCH ON THE AROMA OF THE PEACH

I. — EVOLUTION OF THE VOLATILE CONSTITUENTS DURING MATURATION OF THE *CARDINAL* VARIETY

The evolution of certain constituants of the *Cardinal* peach were studied during maturation on the tree and in fruit-trays.

Maturation in fruit-trays showed :

a) a lesser production of volatile substances ; the concentration of these substances in the fruit remained approximately equivalent to that of the fruit remaining on the tree ;

b) different changes in the sugars and acidity.

Some volatile constituents with peach-like odours, in particular γ-decalactone, were shown and could be considered in working out objective quality criteria.

RESUMEN

INVESTIGACIONES ACERCA DEL AROMA DEL MELOCOTON
I. — EVOLUTION DE LOS COMPONENTES VOLATILES DURANTE EL TRANSCURSO DE LA MADURACION DE LA VARIEDAD *CARDINAL*

La evolución de algunos componentes del melocotón *Cardinal* ha sido estudiata durante el transcurso de la maduración en el árbol y en fajinas.

La maduración en fajinas se manifiesta por :

a) una producción menor de substancias volátiles, cuya concentración en el fruto sigue siendo, sin embargo, poco más o menos equivalente a la del fruto en el árbol ;

b) una modificación differente de los azúcares y de la acidez.

Ciertos componentes volátiles, cuyo olor recuerda el aroma del melocotón, la γ-decalactone en particular, han sido puestos en evidencia y podrían ser tenidos en cuenta con objeto de establecer criterios objetivos de calidad.

RIASSUNTO

RICERCHE SULL'AROMA DELLA PESCA
I. — EVOLUTIONE DEI COSTITUENTI VOLATILI DURANTE LA MATURATION DELLA VARIETA *CARDINAL*

L'evoluzione di alcuni costituenti della pesca *Cardinal* stata studiata durante la maturazione sull'albera e nelle gabbiette.

La maturazione in gabbiette si traduce :

a) in una minore produzione di sostanze volatili, la cui concentratione nel frutto resta tuttevia all'incirca equivalente a quella del frutto rimasto sull'albero ;

b) in una modificazione degli zuccheri e dell'aciditá.

Alcuni costituenti volatili il cui odore ricorda l'aroma della pesca, il γ-decalattone in particolare, sono stati messi in evidenza e potrebbero essere presi in considerazione per stabilire dei criteri obdiettivi di qualitá.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Bayonove C., Cordonnier R., 1971. Recherches sur l'arôme du Muscat. III. — Étude de la fraction terpénique. *Ann. Technol. agric.*, **20**, 347-355.

Chiris A., 1967. La pêche et son arôme. *Industr. aliment. agric.*, (11), 1358 et 1663.

Do J. Y., Salunkhe D. K., Olson L. F., 1969. Isolation, identification and comparison of the volatiles of peach fruit as related to harvest maturity and artificial ripening. *J. Food Sci.*, **34**, 618-621.

Jennings W. G., Sevenants M. R., 1964. Volatile components of peach. *J. Food Sci.*, **29**, 796-801.

Lim L., Romani R. J., 1964. Volatiles and the harvest maturity of peaches and nectarines. *J. Food Sci.*, **29**, 246-253.

Sevenants M. R., Jennings W. G., 1966. Volatile components of peach. *J. Food Sci.*, **31**, 81-86.

Souty M., Perret Annick, André P., 1967. Premières observations sur quelques variétés de pêches destinées à la conserve. *Ann. Technol. agric.*, **16**, 55-58.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (1), 45-58.

ÉTUDE DES PRODUITS VOLATILS DU JUS ET DU CONCENTRÉ DE POMME CHAUFFÉS

G. BRULÉ

Station de Technologie des Produits végétaux, I. N. R. A., 21034 Dijon Cedex

RÉSUMÉ

Le chauffage du concentré et du jus de pomme donne naissance à trois types de composés : des dérivés furaniques, pyrroliques et phénoliques. La détermination de masses exactes par spectrométrie de masse a permis d'identifier un β-glycol (octanediol-1-3). Ce composé, qui en sortie de colonne chromatographique présente une odeur de marmelade, existe en quantité importante dans le concentré de jus de pomme, mais ne semble pas évoluer au cours du chauffage ; par contre, la quantité de ce composé augmente considérablement au cours du chauffage du jus de pomme.

Mots clés : *concentré de jus de pomme, jus de pomme, traitements thermiques, produits volatils, spectrométrie de masse.*

INTRODUCTION

L'influence des traitements thermiques sur les qualités organoleptiques des jus de fruits a fait l'objet de quelques travaux ces dernières années. Dans la plupart des cas, les auteurs se sont intéressés aux modifications de couleur, aux pertes en valeur nutritive et à la formation d'hydroxyméthyl-5fu rfural (Vasatko et Pribela, 1965 ; Erdelyi *et al.*, 1967 ; Lindner *et al.*, 1967 ; Lyashenko, 1970).

Pour le technologue, dans le cas des jus de fruit, le plus important est la formation du « goût de cuit ». Mehlitz et Drews (1959), Koch et Kleesaat (1961) ont attribué à l'hydroxyméthyl-5 furfural la responsabilité du « goût de cuit » des

produits alimentaires, ce qui justifie les nombreux travaux qui ont suivi sur les méthodes de dosage de ce composé. Mais SEMPER (1960), DRILLEAU et PRIOULT (1971) ont montré qu'il n'existait aucune relation entre la teneur en hydroxyméthyl-5 furfural et les qualités organoleptiques d'un jus de fruit.

D'autres auteurs se sont davantage intéressés aux produits volatils ; FRIDMAN *et al.* (1969) ont étudié l'influence de la température sur la composition des produits de l'arôme de pomme ; ils ont constaté des variations de concentration des esters et alcools les plus légers. Ces modifications seraient, d'après ces auteurs, partiellement responsables du « goût de cuit ». TATUM *et al.* (1967) ont analysé les composés qui se forment au cours de la préparation d'une poudre d'orange ; ils ont pu identifier des dérivés furaniques et pyrroliques que l'on trouve également dans les produits torréfiés.

Il est incontestable que des chauffages exagérés ou répétés des jus de fruit, au cours des traitements technologiques, détériorent les qualités organoleptiques ; il nous a paru intéressant d'analyser les produits volatils qui se forment au cours du chauffage d'un concentré et d'un jus de pomme.

MATÉRIEL ET MÉTHODES

Chauffage et extraction

Dans un ballon de 2 litres surmonté d'une colonne à rectifier (Vigreux), nous avons mélangé 750 ml de concentré de jus de pomme (CP) (1/8) et 750 ml d'eau permutée. La solution est chauffée à l'aide d'un chauffe-ballon ; la température est maintenue à 95°C pendant une heure et sans agitation particulière. Dans le cas du jus de pomme (JP), nous opérons de la même façon mais avec 1 500 ml de jus et sans dilution.

Pour isoler les composés volatils, on utilise un évaporateur à film grimpant Quickfit similaire à celui décrit par BARTOLOMEW (1949). A chaque passage dans cet évaporateur, nous concentrons de moitié ; dans le cas de notre étude, nous faisions deux passages, si bien qu'à partir de 1,5 l de jus, nous obtenions un peu plus de 1 l de distillat. L'utilisation de cet extracteur présente l'avantage de ne chauffer le jus à extraire qu'à une température de l'ordre de 40°C et pendant seulement quelques secondes. L'entraînement à la vapeur d'eau à la pression atmosphérique n'a pas pu être utilisé, car il provoque la formation de produits de chauffage.

Le distillat obtenu est alors extrait par l'éther diéthylique ; la phase organique est séchée sur sulfate de sodium, puis concentrée.

Analyse

La séparation et l'analyse des composés volatils des extraits se font en utilisant le couplage du chromatographe en phase gazeuse et du spectromètre de masse. Les conditions d'analyse sont indiquées dans le tableau 1.

Tous les composés sont identifiés d'après leur spectre de masse ; les spectres et les volumes de rétention sont comparés à ceux des produits de référence.

Nous avons préparé quelques-uns de ces produits : les vinyl-4 phénol et vinyl-4 gaïacol ont été obtenus par décarboxylation des acides paracoumarique et férulique en présence d'une souche de *Saccharomyces cerevisiae* ; ils sont purifiés sur colonne de DEAE-Sephadex A 25 (ALBAGNAC). L'octanediol n'a pu être synthétisé ; mais nous avons préparé le chloro-1 ol-3 octane par action de $C_5H_{11}MgCl$ sur du chloro-3 propanal qui est obtenu par action d'acide chlorhydrique gazeux sur l'acroléine. Les autres composés proviennent du commerce.

Détermination des seuils de perception

La détermination des seuils de perception dans l'eau est effectuée à l'aide de la méthode *duo-trio*. On présente au jury de dégustation trois lots de deux échantillons ; dans chacun des couples, un des échantillons est identique à une référence d'eau minérale. Le dégustateur doit trouver l'échantillon différent de la référence. Les échantillons sont placés dans un ordre de concentration croissante. Le jury de dégustation est composé d'une quinzaine de personnes du laboratoire ; chaque produit est examiné deux fois. Sur 30 jugements, on admet que le seuil est significatif à 5 p. 100 lorsque 21 réponses sont correctes (LARMOND, 1969).

TABLEAU I

Conditions d'analyse

Chromatographie en phase gazeuse	Spectrométrie de masse
Appareil Perkin Elmer 880	Appareil Varian Mat CH5
Colonnes : Carbowax 20 M 15 p. 100. 8′ 1/8″ Programmée de 100 à 140°C 2°C/mn.	Séparateur de gaz : Watson-Biemann
Colonnes : Carbowax 20 M 2 p. 100. 12′ 1/8″ Programmée de 140 à 180°C 2°C/mn.	Température source : 250°C
Gaz vecteur : Hélium	Énergie des électrons : 70 eV
Débit : 30 ml/mn	Intensité cathode : 300 μA

RÉSULTATS

Les chromatogrammes (fig. 1 et 2) montrent bien les différences quantitatives qui existent entre les extraits des produits volatils du CP chauffé et non chauffé. La nature des composés est indiquée dans le tableau 2.

Dans le cas du CP nous voyons apparaître, lors du chauffage, des dérivés furaniques, phénoliques et un dérivé pyrrolique ; de plus nous avons reconnu pour la première fois la présence d'un β-glycol (octanediol-1-3) dont l'odeur, en sortie de chromatographe en phase gazeuse, se rapproche de celle de la marmelade. En ce qui concerne le JP (fig. 3), il y a formation de dérivés furaniques et phénoliques mais en quantités beaucoup plus faibles que dans le cas du CP ; ce qui est caractéristique, c'est l'apparition de l'octanediol-1-3.

Le fait que dans le CP nous obtenions une quantité beaucoup plus importante de produits volatils résulte de la concentration en sucre et matières azotées, et des surchauffes dues à la densité du milieu.

Les différences entre jus chauffé et non chauffé peuvent se voir directement sur le distillat en spectrophotométrie UV ; pour cela on ramène les distillats au même volume (fig. 4 et 5). L'absorption à 280 nm est due aux dérivés furaniques qui possèdent une fonction carbonyle sur le cycle.

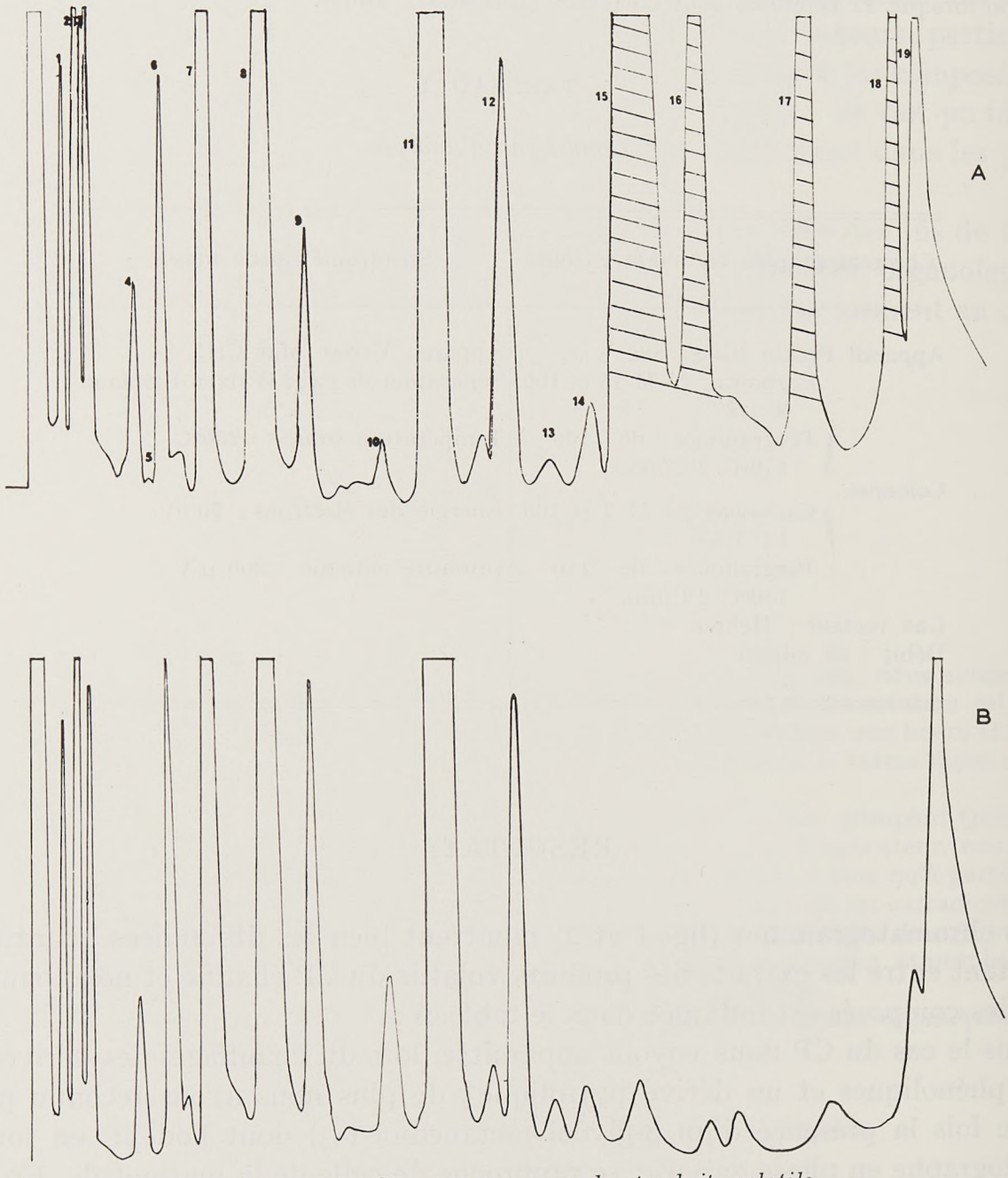


FIG. 1. — *Chromatogrammes des produits volatils*
A : concentré de pomme chauffé ;
B : concentré de pomme non chauffé.
Colonne carbowax 20M, 15 p. 100 ; température programmée de 100° à 140°C, 2°C/mn.

TABLEAU 2

Composition analytique des extraits

1 Formiate d'éthyle	14 Acide acétique
2 Acétate d'éthyle	15 Furfural *
3 Éthanol	16 Acétyl-2 furane *
4 *n*-Propanol	17 Méthyl-2 furfural *
n-Butyrate d'éthyle	18 Alcool furfurylique *
5 Méthyl-2 butyrate d'éthyle	19 Phénylacétaldéhyde
6 Isobutanol	Acide méthyl-2 butyrique
7 *n*-Butanol	20 Phényléthanol
8 Alcool isoamylique	21 Acétyl-2 pyrrole *
9 *n*-Pentanol	22 *n*-Octanediol-1-3 *
10 Acétoïne	23 Vinyl-4 gaïacol *
11 Hexanol	24 M = 224 *
12 Hexène-3 ol-1	25 M = 222 *
13 Hexène-2 ol-1	26 Vinyl-4 phénol *

* Produits apparus au cours du chauffage.

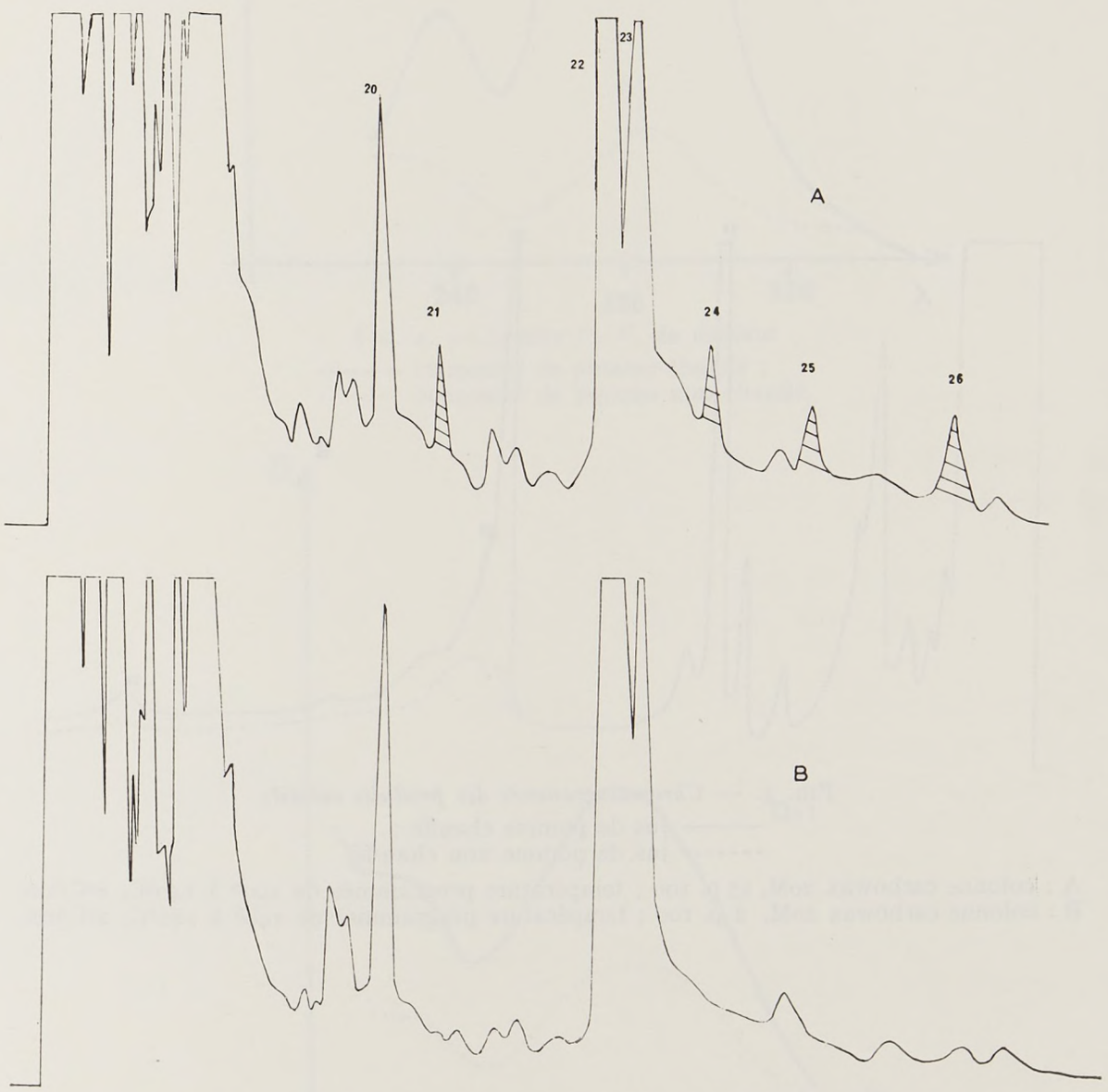


FIG. 2. — *Chromatogrammes des produits volatils*
A : concentré de pomme chauffé ;
B : concentré de pomme non chauffé.
Colonne carbowax 20M, 2 p. 100 ; température progammée de 140° à 180°C, 2°C/mn.

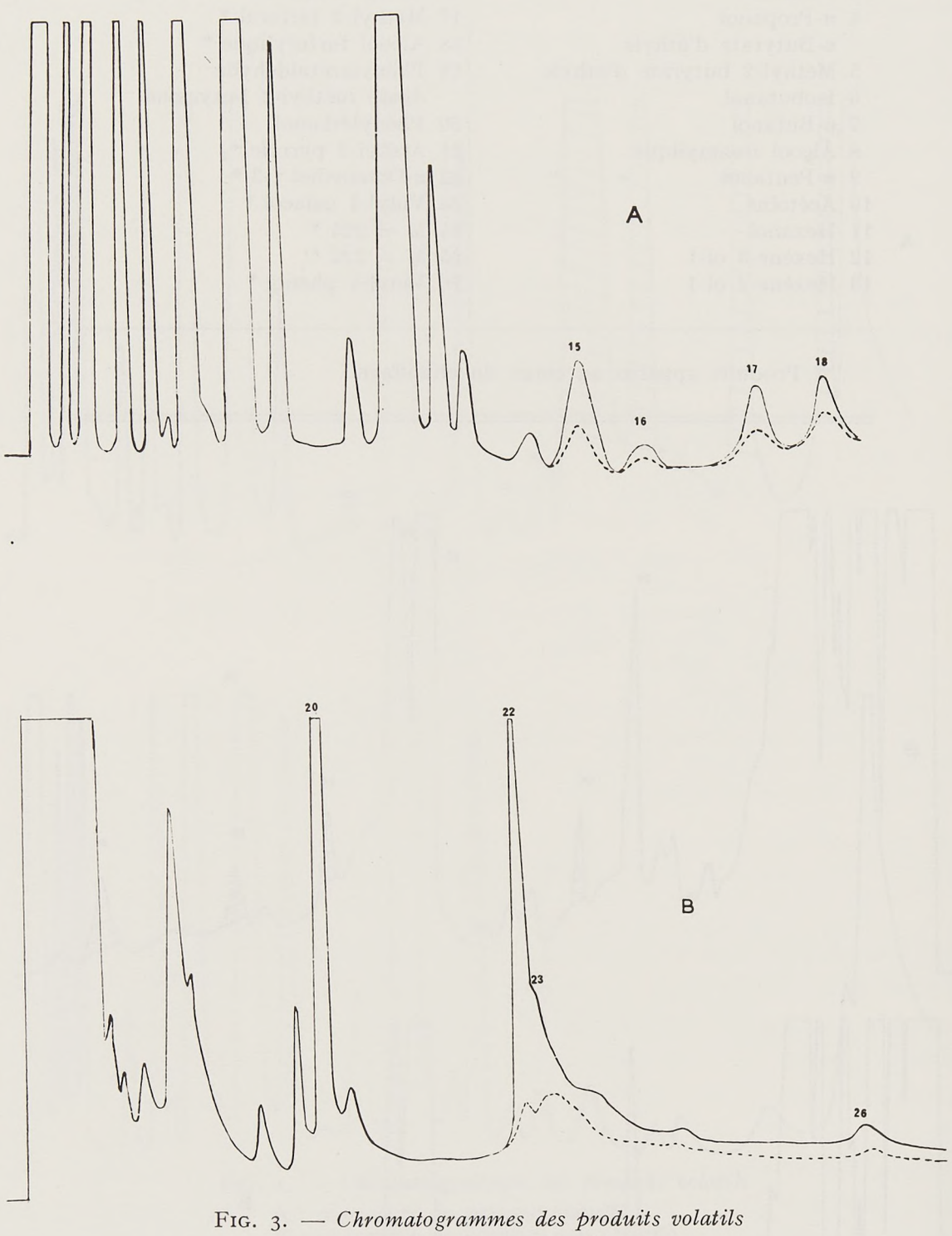


FIG. 3. — *Chromatogrammes des produits volatils*
——— jus de pomme chauffé ;
------- jus de pomme non chauffé.

A : colonne carbowax 20M, 15 p. 100 ; température programmée de 100° à 140°C, 2°C/mn;
B : colonne carbowax 20M, 2 p. 100 ; température programmée de 140° à 180°C, 2°C/mn.

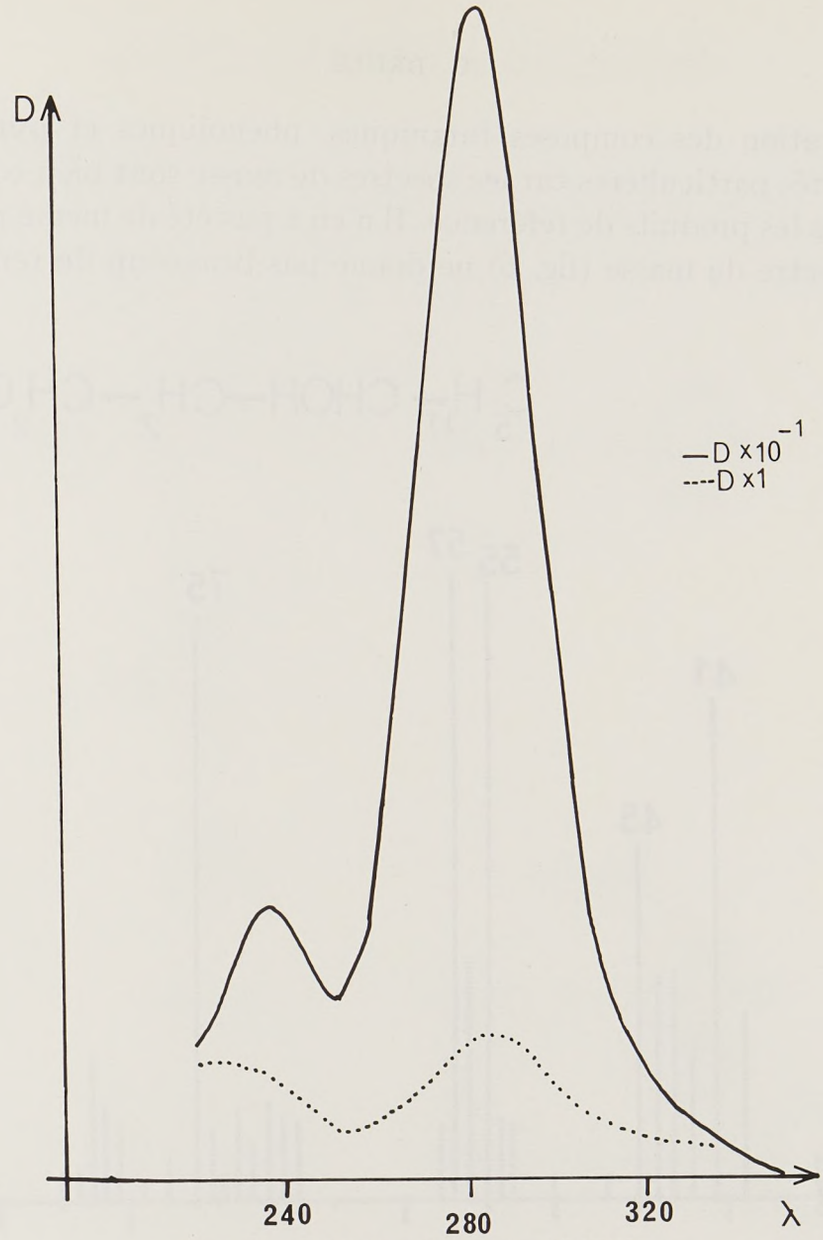


FIG. 4. — *Spectre U. V. du distillat*
——— concentré de pomme chauffé ;
····· concentré de pomme non chauffé.

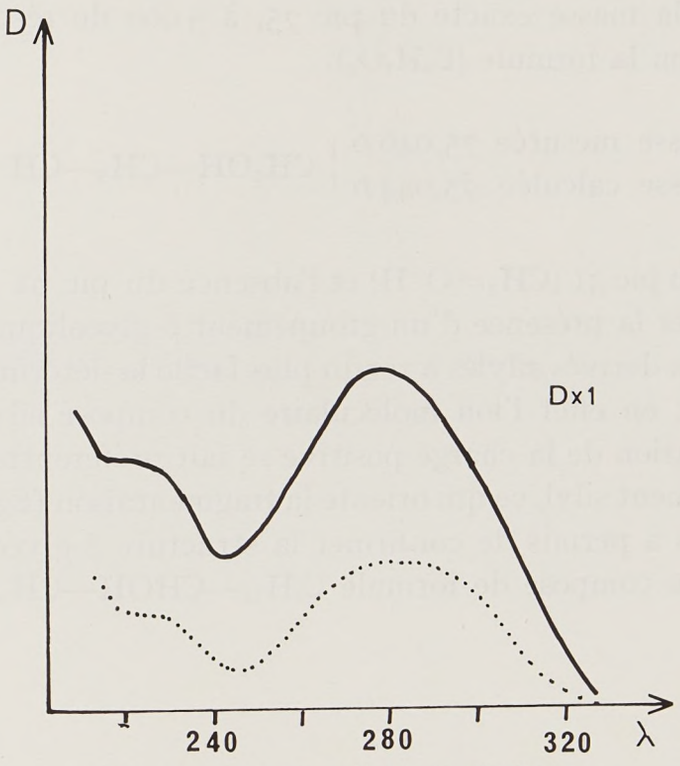


FIG. 5. — *Spectre U. V. du distillat*
——— jus de pomme chauffé ;
····· jus de pomme non chauffé.

L'identification des composés furaniques, phénoliques et pyrroliques n'a pas posé de difficultés particulières car les spectres de masse sont bien connus et, de plus, nous possédions les produits de référence. Il n'en a pas été de même pour l'octanediol-1-3 dont le spectre de masse (fig. 6) ne donne pas beaucoup de renseignements. La

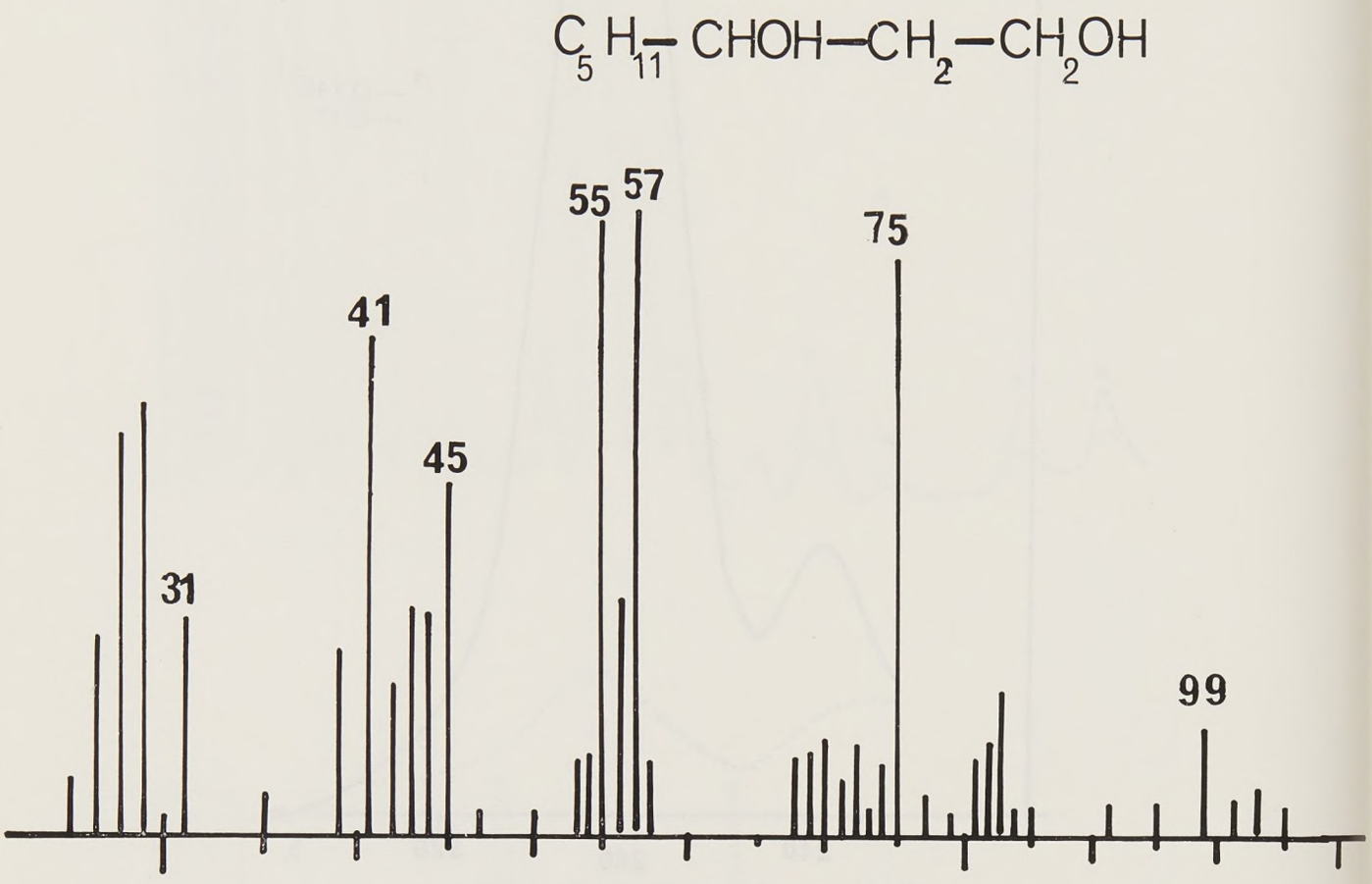


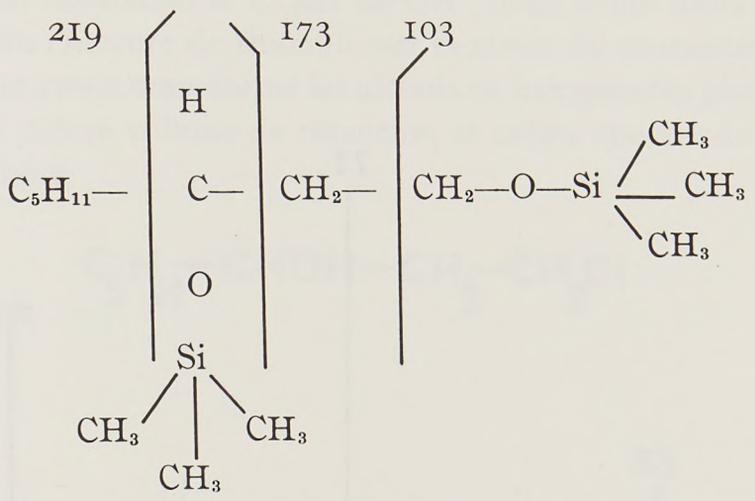
Fig. 6. — *Spectre de masse de l'octanediol-1-3*

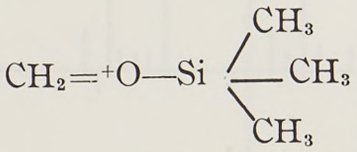
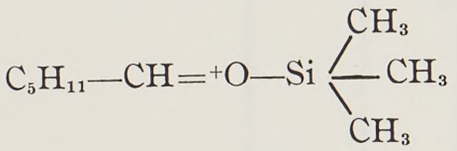
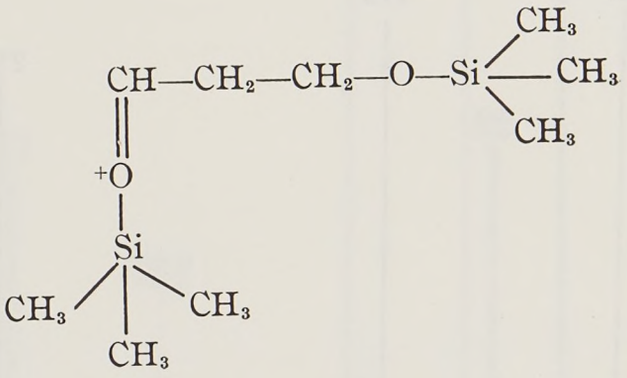
détermination de la masse exacte du pic 75, à 5 000 de résolution, nous a permis d'attribuer à cet ion la formule ($C_3H_7O_2$).

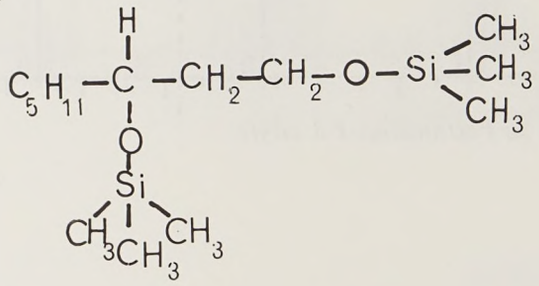
masse mesurée 75,046 0
masse calculée 75,044 6
} $CH_2OH—CH_2—CH=O^+H$

La présence du pic 31 ($CH_2=O^+H$) et l'absence du pic 61 ($CH_2OH—CH=O^+H$) nous a fait supposer la présence d'un groupement β-glycolique.

Le passage aux dérivés silylés a rendu plus facile la détermination de la structure de cette molécule ; en effet l'ion moléculaire du composé silylé est beaucoup plus stable et la localisation de la charge positive se fait préférentiellement sur l'oxygène porteur du groupement silyl, ce qui oriente la fragmentation (fig. 7). La détermination des masses exactes a permis de confirmer la structure β-glycolique et d'en déduire qu'il s'agissait d'un composé de formule $C_5H_{11}—CHOH—CH_2—CH_2OH$.



masse mesurée	masse calculée	formule
103,058 0	103,057 8	
173,132 8	173,133 0	
219,122 0	219,123 6	



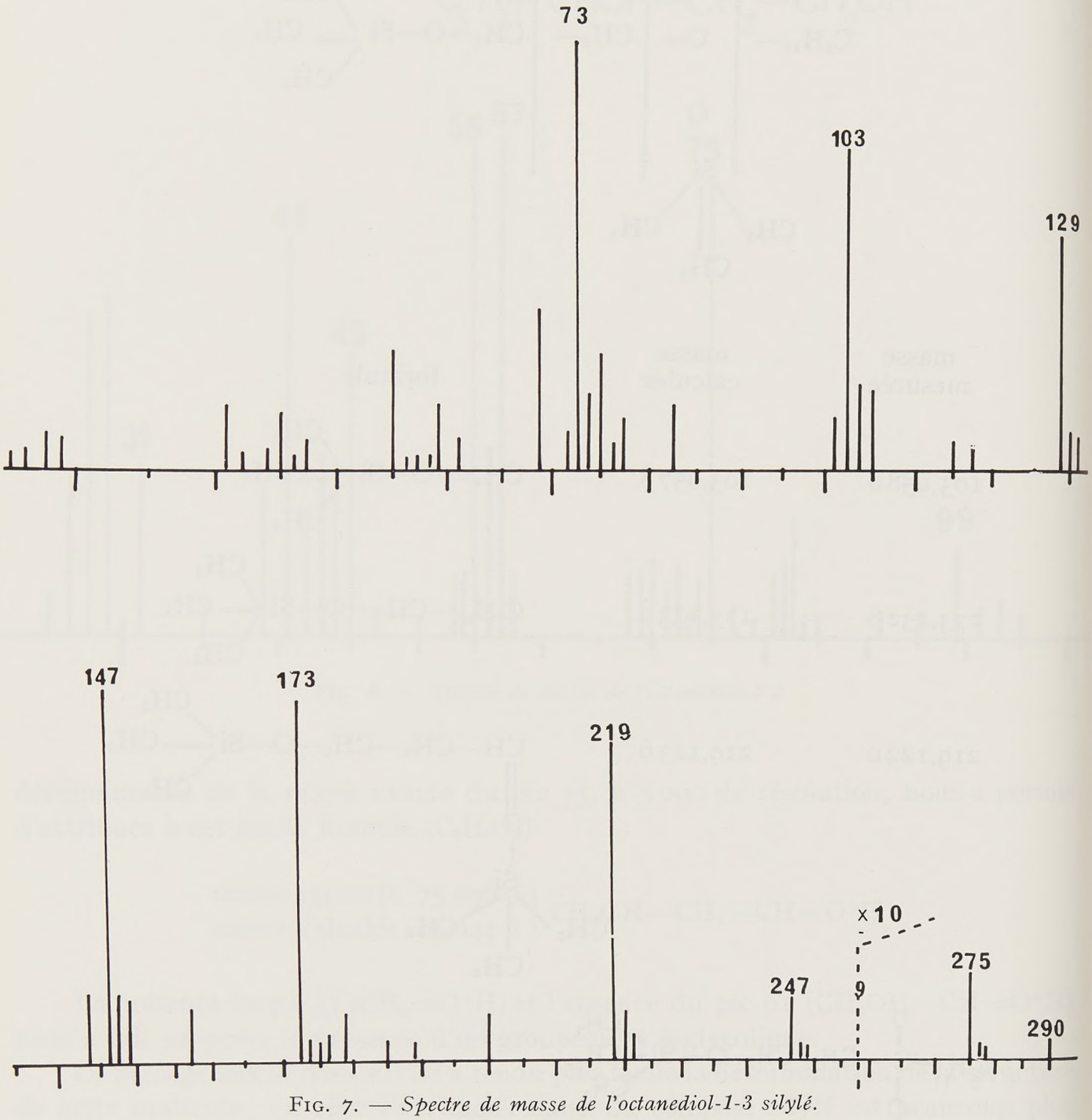


FIG. 7. — *Spectre de masse de l'octanediol-1-3 silylé.*

Pour déterminer de façon définitive la structure de cette molécule, nous avons envisagé la synthèse de l'octanediol-1-3 ; nous n'avons pas pu aller au-delà du chloro-1 ol-3 octane ; en effet, ce composé se dégrade lorsque nous le chauffons en milieu basique pour substituer le Cl par un OH ; nous avons alors fait agir, à température ambiante, du chlorure de thionyle sur l'extrait du concentré de pomme ; dans ces conditions, nous avons transformé les alcools en halogénures plus volatils et obtenu un composé ayant même volume de rétention et même spectre de masse (fig. 8) que le produit de synthèse.

$$C_5H_{11}-CHOH-CH_2-CH_2Cl$$

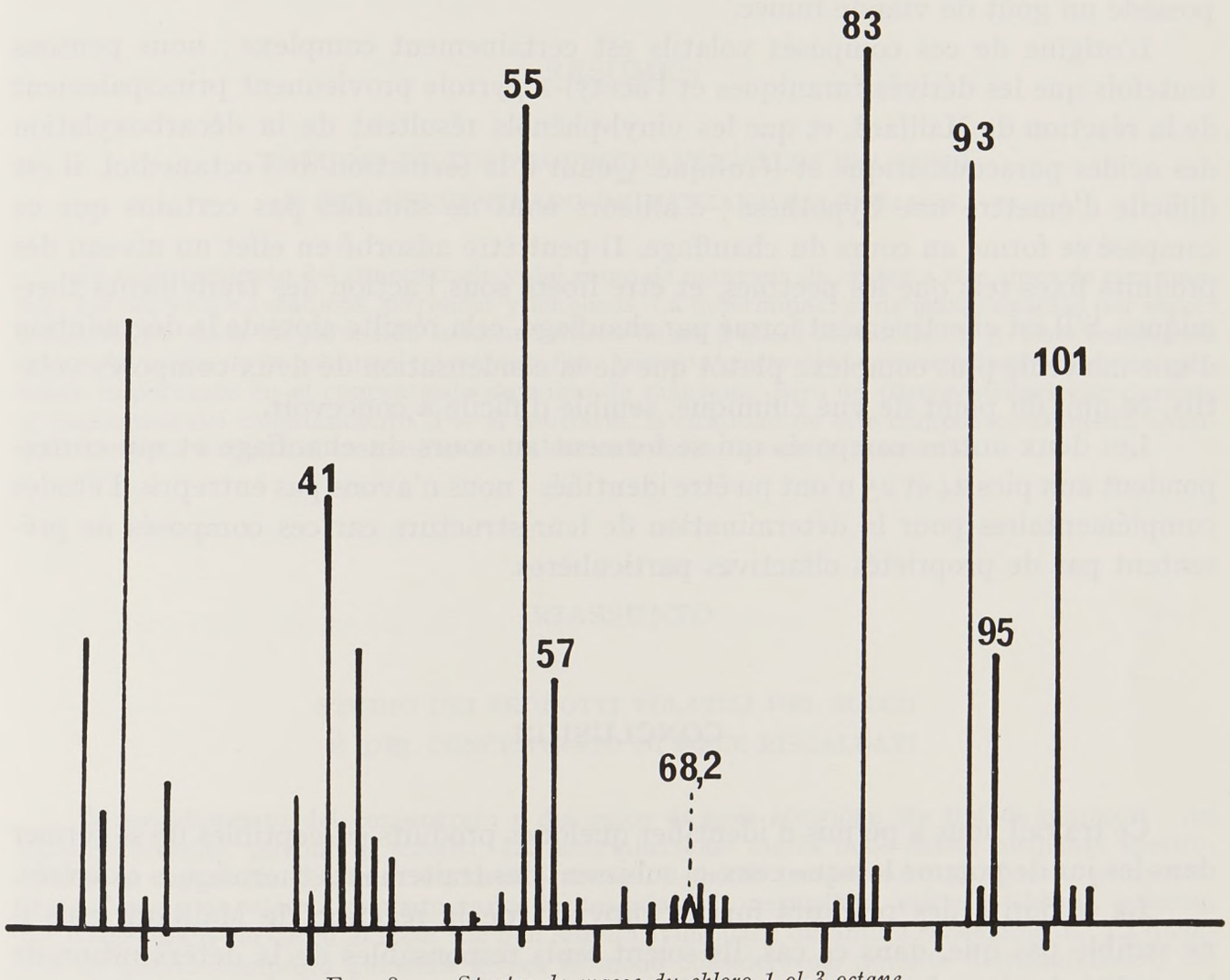


FIG. 8. — *Spectre de masse du chloro-1 ol-3 octane.*

DISCUSSION

Nous ne pouvons pas attribuer le « goût de cuit » aux quelques composés que nous avons identifiés ; des produits trop lourds ou en trop faible quantité pour être décelés interviennent certainement dans la détérioration du jus chauffé.

Les produits les plus intéressants du point de vue olfactif semblent être l'octanediol-1-3 et les composés phénoliques ; en effet, en sentant les éluats en sortie de colonne du chromatographe, nous percevons une odeur de marmelade au début de l'élution de l'octanediol-1-3, puis apparaît progressivement une note de « cuit » plus prononcée, ce qui est probablement dû au vinyl-4 gaïacol dont l'élution commence avant la fin de celle du β-glycol. Nous avons déterminé les seuils de perception du vinyl-4 gaïacol et du vinyl-4 phénol ; ils sont respectivement de 10 p.p.b. et de 20 p.p.b. ; l'apparition de tels composés doit entraîner rapidement des modifications des qualités organoleptiques.

Les dérivés furaniques, bien qu'ils se forment en quantité importante, ont probablement beaucoup moins d'influence que les phénols ; ils ont en effet des seuils de perception supérieurs au p.p.m. (BRULÉ *et al.*, 1971). Ils donnent, suivant les concentrations, des goûts de moisissure ou d'amertume sauf l'hydroxyméthyl-2 furane qui possède un goût de viande fumée.

L'origine de ces composés volatils est certainement complexe ; nous pensons toutefois que les dérivés furaniques et l'acétyl-2 pyrrole proviennent principalement de la réaction de Maillard, et que les vinyl-phénols résultent de la décarboxylation des acides paracoumarique et férulique. Quant à la formation de l'octanediol, il est difficile d'émettre une hypothèse ; d'ailleurs nous ne sommes pas certains que ce composé se forme au cours du chauffage. Il peut être adsorbé en effet au niveau des produits fixes tels que les pectines, et être libéré sous l'action des traitements thermiques. S'il est effectivement formé par chauffage, cela résulte alors de la dégradation d'une molécule plus complexe plutôt que de la condensation de deux composés volatils, ce qui, du point de vue chimique, semble difficile à concevoir.

Les deux autres composés qui se forment au cours du chauffage et qui correspondent aux pics 24 et 25 n'ont pu être identifiés ; nous n'avons pas entrepris d'études complémentaires pour la détermination de leur structure car ces composés ne présentent pas de propriétés olfactives particulières.

CONCLUSION

Ce travail nous a permis d'identifier quelques produits susceptibles de se former dans les jus de pomme lorsque ceux-ci subissent des traitements thermiques exagérés.

La majorité des produits formés provient de la réaction de Maillard mais il ne semble pas que, dans ce cas, ils soient seuls responsables de la détérioration de la qualité des jus ; les dérivés phénoliques, aux seuils de perception très faibles, et l'octanediol, à odeur de marmelade, participent certainement à la formation du « goût de cuit ».

Il est incontestable que les traitements thermiques sont à l'origine de la formation de ces composés, mais il est fort probable que différents facteurs (oxygène dissous, nature du métal en contact avec le jus, densité du milieu, présence de pectines...) influent sur la formation de tel ou tel composé.

Reçu pour publication en décembre 1972.

SUMMARY

STUDY OF VOLATILE PRODUCTS OF HEATED APPLE JUICE AND CONCENTRATE

The heating of apple concentrate and juice gives rise to three types of compounds : furanic, pyrrolic and phenolic derivatives. The determination of exact masses by mass spectrometry has permitted the identification of a β-glycol (octanediol-1-3). This compound, which has a marmalade odour on leaving the chromatographic column, exists in considerable quantities in concentrated apple juice but it does not appear to change in the course of heating ; on the other hand the quantity of this compound increases considerably during the heating of apple juice.

RESUMEN

ESTUDIO DE LOS PRODUCTOS VOLÁTILES DEL ZUMO Y DEL CONCENTRADO DE MANZANA CALENTADOS

El calentamiento del concentrado y del zumo de manzana da origen a tres tipos de compuestos : los derivados furánicos. pirrólicos y fenólicos. La determinación de masas exactas por espectrometría de masa ha permitido la identificación de un β-glicol (octanediol-1-3). Este compuesto que, a su salida de la columna cromatográfica, presenta cierto olor de mermelada, existe en cantidad importante en el concentrado de zumo de manzana, pero no parece evolucionar durante el transcurso del calentamiento. Por el contrario. la cantidad de este compuesto aumenta considerablemente durante el transcurso del calentamiento del zumo de manzana.

RIASSUNTO

STUDIO DEI PRODOTTI VOLATILI DEL SUCCO E DEL CONCENTRATO DI MELE RISCALDATI

Il riscaldamento del concentrato e del succo di mele sprigiona tre tipi di composti : dei derivati furanici, pirrolici e fenolici. La determinazione esatta delle masse mediante spettrometria di massa ha permesso di identificare un β-glicole (octanediol-1-3). Questo composto, che all'uscita di colonna cromatografica ha un odore di marmellata, esiste in elevata quantità nel concentrato del succo di mele, ma non sembra svilupparsi durante il riscaldamento. La quantità di questo composto aumenta invece in modo considerevole durante il riscaldamento del succo di mele.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Albagnac G. Communication personnelle.

Bartholomew W. H., 1949. All glass laboratory long-tube evaporator. *Anal. Chem.*, **21**,527.

Brulé G., Dubois P., Obretenov Tzv., 1971. Étude des produits volatils formés par dégradation du glucose en présence de proline. *Ann. Technol. agric.*, **20** (4), 305-312.

Drilleau J.-F., Prioult C., 1971. Goût de cuit et présence de 5-hydroxyméthylfurfural dans les jus de pomme. Étude en solutions modèles. *Industr. aliment. agric.*, 699-704.

Erdelyi E., Dworschak E., Vas K., Lindner L., Telegdy-Kovats M., Szoke-Szotyori K., 1967. Die Wirkung der Hitzebehandlung auf die organoleptische Qualität und einige Inhaltsstoffe der Fruchtsäfte. *Fruchtsaft Industr.*, **12** (2), 54-73.

Fridman S., Eiges T. A., Corshunov A. I., 1969. Effect of temperature on the composition of volatile substance of apple aroma. *Khlebopek Konditer Prom.*, **13** (11), 22-24.

Koch J., Kleesaat R., 1961. Über die Bildung und Bestimmung von 5-hydroxymethylfurfural in Früchtsäften. *Fruchtsaft Industr.*, **3** (6), 106-127.

Larmond E., 1969. *Méthodes d'appréciation sensorielle des aliments*. Publication n° 1284. Ministère de l'Agriculture du Canada.

Lindner K., Dworschak E., Telegdy-Kovats M., Szoke-Szotyori K., Vas K., Erdelyi L., 1967. The deteriorating effect of heat on fruit juices. *Konzerv. Paprikaipar*, 111-120, 3. (C. A., **68**, 2086.)

Lyashenko E. P., 1970. Formation of 5-hydroxymethylfurfural in apple juice. *Konzerv. Ovoshchesush Prom.*, **25** (8), 36-37, (C. A., **74**, 30838).

Mehlitz A., Drews H., 1959. Untersuchung über Vorkommen und entstehung von Oxymethylfurfural in Traubensäften, Apfelsäften und daraus hergestellten Konzentraten. *Flüssiges obst.*, **26**(5),141.

Semper G., 1960. Untersuchungen über den OMF-Gehalt in Apfel und Traubensäften. *Flüssiges obst.*, **27** (11), 9-10.

Tatum J. H., Shaw P., Berry R., 1967. Compounds formed during non enzymatic browning of orange powder. *J. agric. Food Chem.*, **15** (5), 773-775.

Vasatko J., Pribela A., 1965. Chromatographic studies of the sugar changes during thermal treatment of fruit concentrates. *Izv. Vyssh. Ucheb. Zaved. Pisheh. Tekhnol.*, **6**, 17-20.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (1), 59-67.

DOSAGE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE SEMI-AUTOMATIQUE DE L'ACTIVITÉ LIPOXYGÉNASIQUE DU POIS

P. VAROQUAUX, J. SARRIS et C. AVISSE
avec la collaboration technique de Catherine BUSSIDAN

Station de Technologie des Produits végétaux, I. N. R. A., 21034 Dijon Cedex

RÉSUMÉ

L'activité lipoxygénasique des pois a été mesurée par la méthode spectrophotométrique de SURREY semi-automatisée. Un extrait enzymatique convenablement dilué est versé dans un tube à réaction contenant du linoléate de sodium, du Tween 20 et du phosphate monopotassique. Les principales modifications apportées à la méthode de SURREY sont le prélèvement continu du mélange dans le tube à réaction, la dilution automatique de la prise d'essai dans de l'éthanol à 66 p. 100 à l'aide d'une pompe péristaltique et l'utilisation sur le spectrophotomètre enregistreur d'une cuve à flux continu. La méthode proposée permet d'évaluer les faibles activités lipoxygénasiques avec une excellente précision, une reproductibilité acceptable et un gain considérable de temps.

Mots clés : *pois, lipoxygénase, dosage semi-automatique.*

INTRODUCTION

En technologie alimentaire, la peroxydation des acides gras polyinsaturés est une cause importante d'altération. Dans les produits végétaux, et spécialement dans les graines de légumineuses, cette réaction est catalysée par la lipoxygénase. Cette enzyme a été mise en évidence par ANDRÉ et HOU (1932). En 1958, WAGENKNECHT et LEE ont démontré son intervention dans le processus d'altération du pois. ERIKSSON, en 1967, a étudié la localisation de l'enzyme et des acides gras dans le pois. RIGAUD, DUPUY et COUSIN, en 1970 et en 1971, ont recherché le rôle de la variété et l'influence de l'état de maturité sur l'activité lipoxygénasique du pois.

Pour poursuivre ces travaux, et en particulier pour doser l'activité lipoxygénasique des téguments de pois, il a été nécessaire de mettre au point une méthode de dosage rapid et sensible. Parmi les techniques décrites par DRAPRON et UZZAN

(1968), certaines, comme la décoloration du carotène ou l'oxydation de sels ferreux, manquent de spécificité. D'autres, comme la mesure de l'acide linoléique consommé et la micromanométrie de WARBURG, sont difficiles à mettre en œuvre. Entre les méthodes polarographique et spectrophotométrique, nous avons opté pour cette dernière, surtout pour des questions d'équipement. En nous référant au travail de SURREY (1964), nous avons cherché à automatiser le dosage spectrophotométrique de l'activité lipoxygénasique des pois.

DOSAGE

A. — *Principe*

La lipoxygénase catalyse la peroxydation des acides gras comportant deux doubles liaisons *cis-cis* non conjuguées. Le produit de la réaction (fig. 1) est un hydroperoxyde à doubles liaisons *cis-trans* conjuguées qui présente un maximum d'absorption à 223 nm (fig. 2). L'activité de l'enzyme est déterminée à l'aide de l'enregistrement de la densité optique du milieu réactionnel en fonction du temps.

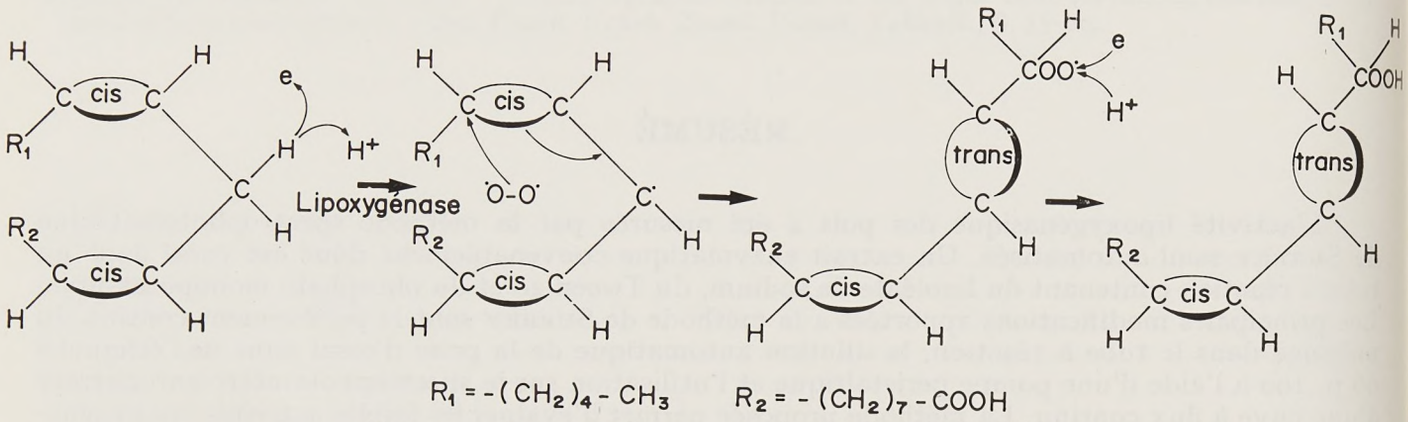


FIG. 1. — *Peroxydation enzymatique de l'acide linoléique*

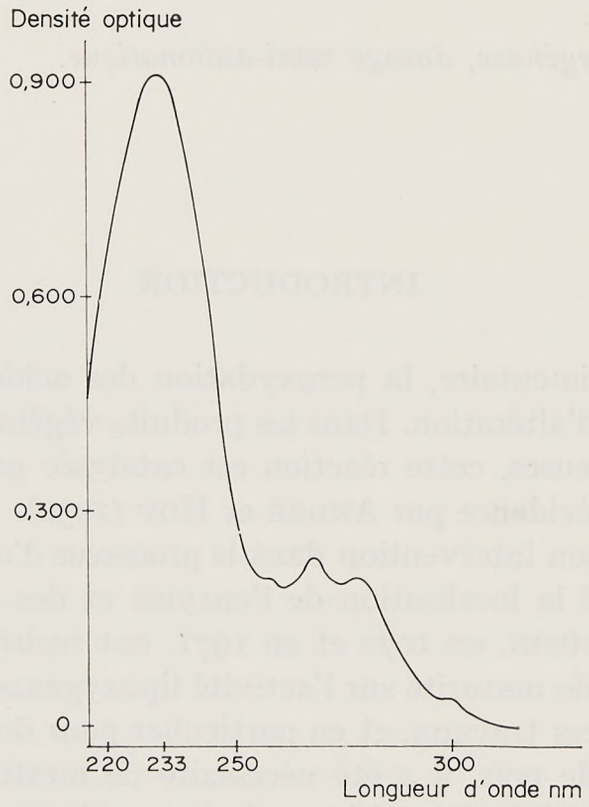


FIG. 2. — *Spectre d'absorption des hydroperoxydes formés*

B. — *Mode opératoire*

a) *Réactifs.*

— Solution aqueuse de phosphate monopotassique à 7 g par litre.
— Substrat, renouvelé chaque jour :

4,26 g d'acide linoléique à 95 p. 100 (FLUKA),
3,75 ml de Tween 20 (SCHUCHARDT),
30 ml de soude N.

On complète à 100 ml avec de l'eau distillée.
On laisse le substrat une heure à 20°C puis on le place dans un réfrigérateur. Au cours du dosage, le substrat est maintenu à 0°C dans de la glace.

— Alcool éthylique à 66 p. 100 dans l'eau distillée.

b) *Appareillage.*

La figure 3 montre la circulation des fluides et les diverses opérations automatisées.

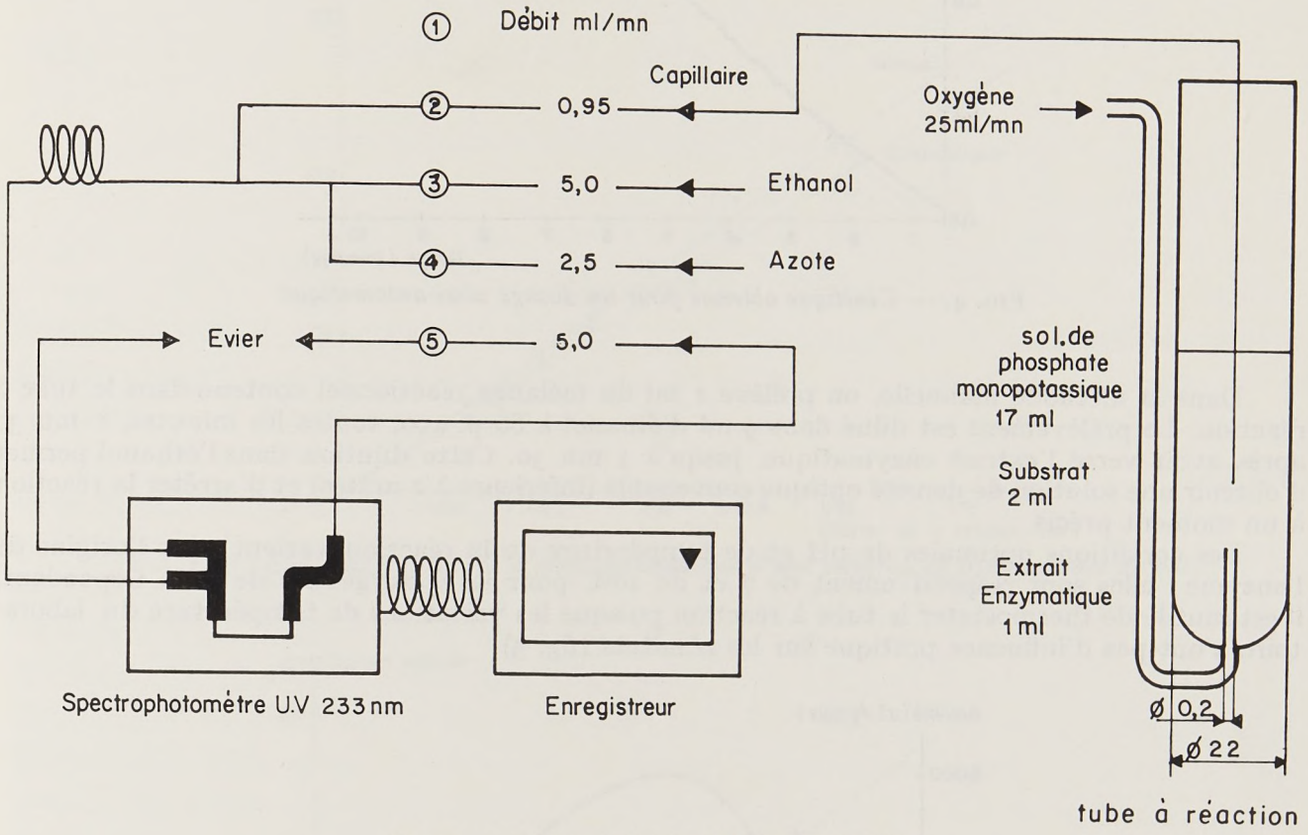


FIG. 3. — *Schéma de circulation des fluides*

c) *Préparation de l'extrait.*

Dans le bol de 100 ml d'un Omnimixer Sorvall, on broie très finement 30 g de pois avec 48 ml d'eau distillée. Pour obtenir des résultats reproductibles, il est important d'effectuer le broyage à l'abri de l'air et à une température ne dépassant pas 5°C. On a vérifié que l'effet de dénaturation mécanique de l'enzyme, dû à la rotation des pales du broyeur, est négligeable si on limite le broyage à 4 minutes. L'échantillon est ensuite filtré sur coton de verre dans une enceinte à 5°C. Nous avons constaté que la centrifugation de l'extrait à plus de 10 000 *g*, souvent préconisée pour la purification de l'enzyme, est à proscrire pour ce dosage car elle affecte notablement l'activité lipoxygénasique des pois. Les extraits enzymatiques ainsi préparés peuvent être conservés, sans perte d'activité, pendant plusieurs mois à — 20°C. Au cours du dosage, les extraits bruts de pois sont conservés à 0°C dans de la glace.

d) *Protocole de dosage.*

Dans le tube à réaction (fig. 3) sont introduits 17 ml de la solution de phosphate monopotassique et 2 ml de substrat. On fait barboter de l'oxygène dans le tube à réaction avant d'ajouter 1 ml d'extrait enzymatique convenablement dilué. Le barbotage, d'environ 25 ml par

minute, assure la saturation en oxygène et l'homogénéisation du milieu. On prélève alors le mélange réactionnel en continu au moyen d'une pompe péristaltique, par l'intermédiaire d'un tube capillaire en polypropylène. A la sortie de la pompe, le prélèvement est dilué dans de l'éthanol à 66 p. 100, préalablement segmenté par des bulles d'azote. Après mélange dans une bobine en verre et séparation de la phase gazeuse dans un débulleur, les fractions homogènes sont envoyées dans la cuve à flux continu de 0,5 cm du spectrophotomètre enregistreur Cary 15. On enregistre alors la densité optique à 233 nm pendant 5 à 10 minutes. L'activité lipoxygénasique de l'extrait est proportionnelle à la pente de la partie linéaire de la courbe (fig. 4).

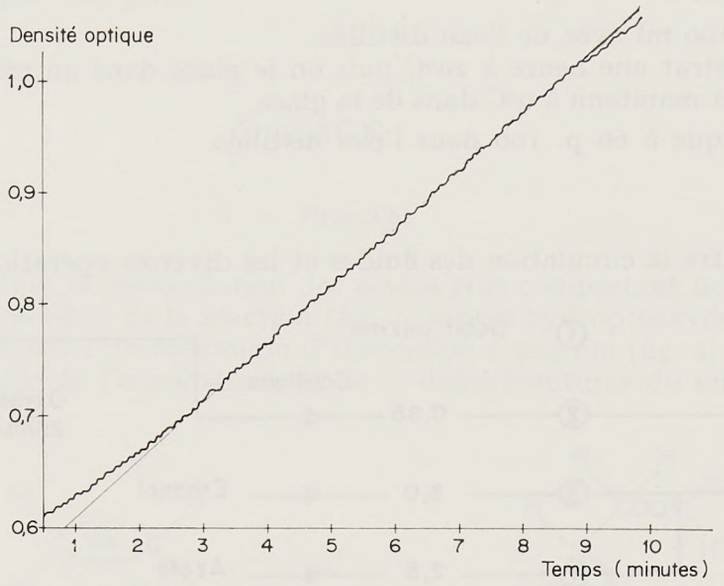


FIG. 4. — *Cinétique obtenue pour un dosage semi-automatique*

Dans la méthode manuelle, on prélève 1 ml du mélange réactionnel contenu dans le tube à réaction. Le prélèvement est dilué dans 9 ml d'éthanol à 66 p. 100, toutes les minutes, 1 mn 30 après avoir versé l'extrait enzymatique, jusqu'à 5 mn 30. Cette dilution dans l'éthanol permet d'obtenir une solution de densité optique convenable (inférieure à 2 unités) et d'arrêter la réaction à un moment précis.

Les conditions optimales de pH et de température de la réaction varient selon l'origine de l'enzyme ; elles sont respectivement de 7 et de 20°C pour la lipoxygénase de pois. Cependant, il est inutile de thermostater le tube à réaction puisque les variations de température du laboratoire n'ont pas d'influence pratique sur les résultats (fig. 5).

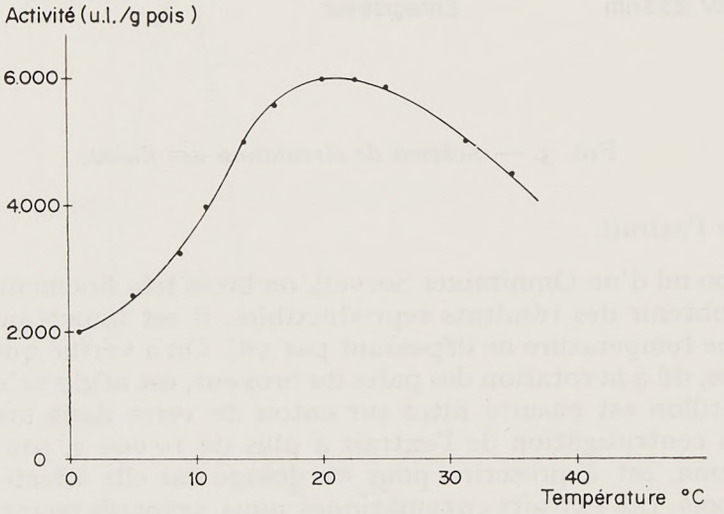


FIG. 5. — *Effet de la température sur l'activité de la lipoxygénase de pois*

e) *Expression des résultats.*

L'unité lipoxygénase (U. L.) est définie comme l'activité d'une solution enzymatique qui, placée dans une cuve de lecture en quartz d'un cm d'épaisseur, produirait une augmentation de densité optique d'une unité par minute.

Ainsi, dans le dosage manuel, l'activité lipoxygénasique d'un extrait qui provoque une augmentation de densité optique d'une unité par minute sera, compte tenu des dilutions successives, $\left(\frac{1}{20} \times \frac{1}{10}\right)$, de 200 UL.

RÉSULTATS ET DISCUSSION

Nous avons effectué deux séries de dosages en utilisant simultanément les méthodes semi-automatique et manuelle. Les courbes d'étalonnage (fig. 6), tracées à partir des résultats obtenus pour des dilutions d'un extrait de pois, mettent en évi-

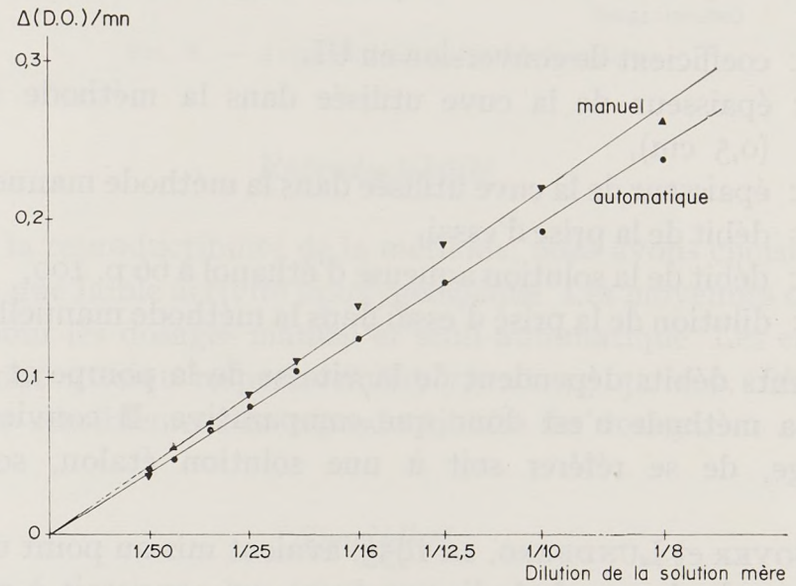


FIG. 6. — *Étalonnage manuel et semi-automatique d'une solution de lipoxygénase de pois*

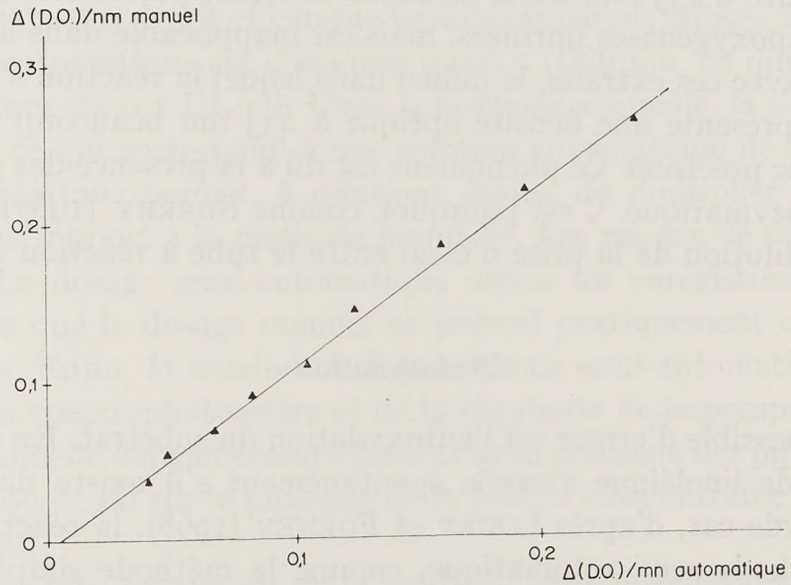


FIG. 7. — *Corrélation entre les méthodes de dosage de la lipoxygénase de pois*

dence la bonne proportionalité qui existe entre l'augmentation de densité optique par minute et la concentration de l'enzyme. Sur la figure 7, obtenue à partir de la précédente, nous avons directement comparé les mesures trouvées par les deux tech-

niques de dosage ; ces chiffres nous ont aussi permis de calculer la droite de régression suivante :

$$Y = 1{,}203\ X + 0{,}004$$

où Y : résultat obtenu par la méthode manuelle
X : résultat obtenu par la méthode semi-automatique.

Ce résultat ne dépend théoriquement que des débits relatifs de la prise d'essai et de l'alcool ainsi que de l'épaisseur des cuves de lecture. En considérant ces facteurs, il est possible de calculer un coefficient théorique permettant de convertir la mesure semi-automatique en UL par la formule suivante

$$C = \frac{L}{L'} \frac{D_e}{(D_a + D_e)d'}$$

avec C : coefficient de conversion en UL,
L : épaisseur de la cuve utilisée dans la méthode semi-automatique (0,5 cm),
L' : épaisseur de la cuve utilisée dans la méthode manuelle (1 cm),
D_e : débit de la prise d'essai,
D_a : débit de la solution aqueuse d'éthanol à 66 p. 100,
d' : dilution de la prise d'essai dans la méthode manuelle (1/10).

Les différents débits dépendent de la vitesse de la pompe et du degré d'usure des tuyaux. La méthode n'est donc que comparative. Il convient, avant chaque série de dosage, de se référer soit à une solution étalon, soit à la méthode manuelle.

Tappel, Boyer et Lundberg, en 1953, avaient mis au point une méthode spectrophotométrique de dosage de la lipoxygénase qui consistait à placer directement les réactifs dans la cuve du spectrophotomètre et à noter l'augmentation de densité optique par minute à 233 nm. Cette méthode convient parfaitement pour la mesure de l'activité de lipoxygénases purifiées, mais est inapplicable dans le cas des extraits bruts. En effet, avec ces extraits, le milieu dans lequel la réaction s'opère aux conditions optimales présente une densité optique à 233 nm beaucoup trop élevée pour être mesurée avec précision. Ce phénomène est dû à la présence des protéines du pois dans l'extrait enzymatique. C'est pourquoi, comme Surrey (1967), nous avons dû procéder à une dilution de la prise d'essai entre le tube à réaction et la cuve de lecture.

Autoxydation

Une cause possible d'erreur est l'autoxydation du substrat. En effet, en présence d'oxygène, l'acide linoléique s'oxyde spontanément s'il existe dans le milieu des traces de peroxyde car, d'après Loury et Forney (1968), la réaction est autocatalytique. La méthode semi-automatique, comme la méthode simplifiée de Tappel, permet de mesurer l'autoxydation du substrat dans les conditions exactes de l'expérience, l'extrait enzymatique étant alors remplacé par de l'eau (fig. 8). L'autoxydation de l'acide linoléique, exprimée en Δ (DO)/mn, varie entre 0,000 5 et 0,001, ce qui correspond à une activité parasite de 0,1 à 0,2 UL par ml d'extrait enzymatique. Ce phénomène doit être pris en compte pour la mesure des faibles activités lipoxygé-

nasiques. L'importance de l'autoxydation dépend du mode de préparation du substrat, du temps et de la température de conservation auxquels il a été soumis, ainsi que de la pureté de l'acide linoléique employé.

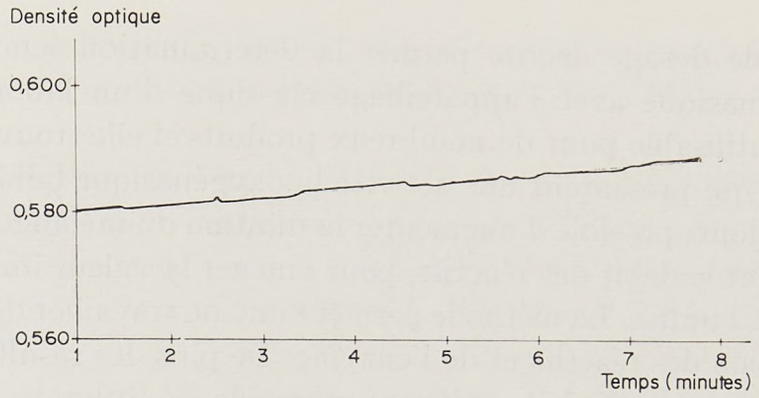


FIG. 8. — *Autoxydation de l'acide linoléique*

Reproductibilité

Pour calculer la reproductibilité de la méthode, nous avons choisi un échantillon de pois présentant une faible activité lipoxygénasique. Les moyennes ont été de 0,065 et 0,064 DO/mn pour les dosages manuel et semi-automatique. Les erreurs relatives sur la moyenne ont atteint respectivement 7,7 et 4,7 p. 100. L'automatisation améliore donc très sensiblement la reproductibilité du dosage.

Sensibilité

La sensibilité, que l'on exprime par la plus petite différence d'activité que l'on peut significativement mettre en évidence, a été calculée statistiquement. Dans le montage que nous avons décrit et compte tenu des appareils utilisés, le seuil de mesure par la méthode automatique est d'environ 0,000 5 (DO)/mn, ce qui correspond à un extrait enzymatique de 0,1 UL/ml. Dans la méthode manuelle, la sensibilité se situe à 0,01 (DO)/mn, ce qui correspond à une solution enzymatique de 2 UL/ml. La méthode semi-automatique permet, à dilutions égales, de multiplier la sensibilité du dosage par 20 par rapport à la méthode manuelle. Les raisons de cette amélioration sont multiples. Le dosage semi-automatique donne un enregistrement continu du phénomène, alors que le dosage manuel ne permet pratiquement que la détermination de 5 valeurs. Enfin, la sensibilité de la méthode semi-automatique est fonction de la stabilité du spectrophotomètre et de la régularité de la pompe, alors que celle de la méthode manuelle dépend essentiellement de la précision des pipetages. En effet, une erreur de 1/100 de ml sur le pipetage de la prise d'essai entraîne une erreur d'environ 0,002 Δ (DO).

Un autre avantage important de la méthode semi-automatique est sa rapidité. La mesure manuelle d'une activité lipoxygénasique (en double) nécessite 16 pipetages de précision ; ce chiffre est réduit à 6 par la méthode semi-automatique. La méthode proposée est environ trois fois plus rapide que la méthode de SURREY.

CONCLUSION

La méthode de dosage décrite permet la détermination semi-automatique de l'activité lipoxygénasique avec l'appareillage classique d'un laboratoire d'analyse. La technique est utilisable pour de nombreux produits et elle trouve un intérêt particulier pour ceux qui présentent une activité lipoxygénasique faible. Pour les fortes activités, il est toujours possible d'augmenter la dilution du mélange réactionnel dans l'alcool en modifiant le débit des réactifs, pour amener la valeur initiale de la densité optique à moins de 2 unités. La méthode permet donc de travailler dans les conditions optimales de dilution des réactifs et de l'enzyme. De plus, les résultats obtenus sont plus reproductibles que ceux de la méthode manuelle de SURREY. Enfin, grâce à sa remarquable sensibilité, la méthode semi-automatique permet de réaliser les mesures d'autoxydation dans les conditions du dosage.

Reçu pour publication en février 1973.

SUMMARY

SEMI-AUTOMATIC SPECTROPHOTOMETRIC DETERMINATION OF THE LIPOXYGENASIC ACTIVITY OF PEAS

The lipoxygenasic activity of peas is measured by a new semi-automatized spectrophotometric method.

A conveniently diluted enzyme extract is poured into a reaction tube containing sodium linoleate, tween 20 and monopotassium phosphate. The main modifications from SURREY's method are : a continued sampling of the mixture in the reaction tube, the automatic dilution of the sample in the ethyl alcohol 66 p. 100, with the help of a peristaltic pump and the utilization of a continued flux cuve, on the spectrophotometer. The proposed method allows to evaluate the weak lipoxygenasic activities with an excellent precision and a fair reproductibility and a considerable saving of time.

RESUMEN

DOSIFICATION ESPECTROFOTOMETRICA SEMIAUTOMATICA DE LA ACTIVIDAD LIPOXIGENASICA DEL GUISANTE

La actividad lipoxigenásica del guisante ha sido medida mediante el método espectrofotométrico de SURREY, semiautomatizado. Un extracto enzimático diluido convenientemente es vertido en un tubo de reacción que contiene linoleato de sodio, Tween 20 y fosfato monopotásico. Las principales modificationes introducidas en el método de SURREY son el muestreo continuo de la mezcla en el tubo de reacción, la dilución automática de la muestra tomada para ensayo en el etanol a 66 por ciento por medio de una pompa peristáltica y la utilización en el espectrofótometro registrador de una cuba de flujo continuo. El método propuesto permite evaluar las actividades reducidas lipoxigenásicas con una excelente precisión, una reproductibilidad aceptable y una ganancia considerable de tiempo.

RIASSUNTO

DOSAGGIO SPETTROFOTOMETRICO SEMIAUTOMATICO DELL'ATTIVITA LIPOSSIGENASICA DEL PISELLO

L'attività lipossigenasica dei piselli è stata misurata mediante il metodo spettrofotometrico di SURREY semiautomatico. Un estratto enzimatico convenientemente diluito viene versato in un tubo a reazione contenante del linoleato di sodio, del Tween 20 e del fosfato monopotassico. Le principali modifiche apportate al metodo di SURREY sono il prelevamento continuo del miscuglio nel tubo a reazione, la diluizione automatica della presa di prova nell'etanolo a 66 p. 100 mediante una pompa peristaltica e l'impiego sullo spettrofotometro registratore di una vasca a flusso continuo. Il metodo proposto permette di valutare le deboli attività lipossigenasiche con una eccellente precisione, una riproducibilità accettabile e un considerevole guadagno di tempo.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

ANDRÉ D., HOU K. W., 1932. Sur la présence d'une oxydase des lipides ou lipoxydase dans la graine de soja. *C. R. Acad. Sc.*, **194**, 645-646.

DRAPRON R., UZZAN A., 1968. Problèmes concernant l'activité lipolytique et lipoxygénasique des grains, graines et fruits oléagineux. *Ann. Nutrit. Aliment.*, **22**, B 393-B 436.

ERIKSSON C. E., 1967. Pea lipoxidase, distribution of enzyme and substrate in green peas. *J. Food Sci.*, **32**, 438-441.

DUPUY P., RIGAUD J., 1971. Les lipides de diverses variétés de pois. *Rev. gén. Froid*, **8**, 773-779.

LEE F. A., WAGENKNECHT A. C., 1958. Enzyme action and off-flavor in frozen peas. II. The use of enzymes prepared from garden peas. *Food Res.*, **23**, 584-590.

LOURY M., FORNEY M., 1968. Autoxydation de l'acide linoléique aux températures de 20° et 40°C. *Rev. fr. Corps gras*, **11**, 663-673.

RIGAUD J., DUPUY P., COUSIN R., 1970. Activité lipoxygénasique de diverses variétés de pois. *C. R. Acad. Agric. Fr.*, **56** (2), 142-148.

SURREY K., 1964. Spectrophotometric method for determination of lipoxidase activity. *Plant Physiol.*, **39**, 65-70.

TAPPEL A. L., BOYER P. D., LUNDBERG W. O., 1953. The reaction mechanism of soy bean lipoxidase. *J. Biol. Chem.*, **199**, 267-281.

WAGENKNECHT A. C., LEE F. A., 1958. Enzyme action and off-flavor in frozen peas. *Food Res.*, **23**, 25-31.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (1), 69-74.

NOTE

CONSERVATION DE LONGUE DURÉE A BASSE TEMPÉRATURE ET EN MILIEU DE FAIBLE HYGROMÉTRIE DU MUSCLE DE BOVIN. ÉVOLUTION DES PROTÉINES MYOFIBRILLAIRES

B.-L. DUMONT et C. VALIN
avec la collaboration technique de Joséphine Roussel

Laboratoire de Recherches sur la Viande,
Centre national de Recherches zootechniques, I. N. R. A.,
78350 Jouy en Josas

Station de Recherches sur la Viande,
Centre de Recherches de Clermont-Ferrand, I. N. R. A.,
63110 Beaumont

RÉSUMÉ

On a étudié l'évolution des protéines myofibrillaires du muscle *Demi-membraneux* de bœuf conservé à + 0°5C en milieu de faible hygrométrie, de 10 à 45 jours *post mortem*. On a observé une lente diminution de l'extractibilité de l'actomyosine. En même temps, on a noté un accroissement du rapport myosine libre/myosine totale. Il est suggéré que l'association entre l'actine et la myosine devient plus lâche avec le temps. Les changements observés pendant la période de conservation étudiée ici, en ce qui concerne les protéines myofibrillaires, semblent très différents de ceux constatés pendant la première semaine qui suit l'abattage (1 à 8 jours *post mortem*).

Mots clés : *viande de bœuf, conservation, protéines myofibrillaires.*

INTRODUCTION

Après la mort, le muscle présente, dans le temps, de profondes variations de consistance qui sont liées aux modifications de structure subies par le complexe des diverses protéines myofibrillaires.

En premier lieu, succédant à une phase de latence durant laquelle le muscle conserve une certaine élasticité, s'installe l'état de rigidité caractérisée par l'établissement de liens entre la

myosine et l'actine. Il s'agit d'un état relativement contracté qui confère au muscle une dureté prononcée. A la *rigor mortis* fait suite, sans discontinuité notable, un état de moindre résistance à la compression du muscle (Salé et Valin, 1970) correspondant à une certaine forme de résolution de la rigidité primitive. Cette diminution de la consistance a été imputée à différentes causes :

— destruction des liens entre l'actine et la myosine (Fujimaki *et al.*, 1965) ;
— dégradation des molécules de la myosine (Guenther et Turba, 1969) ;
— destruction de la strie Z (Davey et Dickson, 1970) ;
— altération de la liaison des filaments d'actine à la strie Z (Penny, 1968).

La plupart des études entreprises jusqu'à maintenant sur l'évolution des protéines myofibrillaires s'appliquaient à des temps de conservation relativement limités (de 0 à 15 jours *post mortem*). Dans ce travail nous rapportons l'évolution *post mortem* des propriétés de solubilité de l'actine et de la myosine lors de conservation de longue durée (10 à 45 jours), à basse température et en milieu de faible hygrométrie.

MATÉRIEL ET MÉTHODES

A. — *Matériel*

L'étude a porté sur des taurillons de 18 mois de races diverses (*Normande, Frisonne*). Le muscle utilisé était une portion (d'environ 1 000 g) du muscle *Demi membraneux*, prélevé sur la carcasse quatre jours après la mort. Ce morceau était conservé dans un dessiccateur garni de substances absorbant la vapeur d'eau ambiante (actigel) et placé en ambiance froide (0 à + 0°5C). Chaque échantillon fut conservé pendant un délai de quarante-cinq jours après la mort. En cours de conservation, l'actigel était périodiquement remplacé, au fur et à mesure de son humidification. Chaque semaine une partie de l'échantillon (100 g environ) était prélevée aux fins d'analyse. On procédait à la séparation de la partie superficielle, plus ou moins desséchée et décolorée, jusqu'à obtention d'une portion musculaire de couleur et d'humidité de surface normales.

B. — *Méthodes*

1. *Détermination de la matière sèche.*

La matière sèche fut déterminée par dessiccation de l'échantillon à l'étuve à 100°C, jusqu'à poids constant.

2. *Extraction et fractionnement des protéines myofibrillaires.*

L'extraction des protéines myofibrillaires a été réalisée à basse température (4°C) dans le milieu d'Hasselbach-Schneider (HS) (KCl 0,5 M, $MgCl_2$ 1 mM, $Na_4P_2O_7$ 10 mM, KH_2PO_4 10 mM), à partir de 15 g de muscle broyé et homogénéisé dans 7 volumes du milieu d'extraction, pendant quatre heures. Après quoi on ajoutait à nouveau 7 volumes du milieu HS et les homogénats étaient centrifugés à 20 000 *g* pendant trente minutes. Les protéines myofibrillaires étaient ensuite purifiées par dilution des milieux d'extraction jusqu'à une force ionique de 0,05. Dans ces conditions les protéines myofibrillaires étaient précipitées et remises en solution dans un milieu KCl 0,6 M, $MgCl_2$ 1 mM, *Tris*-HCl 0,02 M, pH 7,2.

Après ce premier traitement, les opérations de précipitation et de remise en solution étaient répétées une seconde fois. Les protéines en solution peuvent être considérées comme représentant l'actomyosine extractible dans nos conditions expérimentales (Khan, 1962).

A partir de cette fraction nous avons successivement déterminé :

— l'importance de la contamination par les acides nucléiques (essentiellement ARN), par précipitation à l'acide trichloracétique à 10 p. 100 ;

— la myosine « totale » (MT), extraite de l'actomyosine après dissociation de celle-ci par addition de pyrophosphate tétrasodique 10 mM et récupération du surnageant après centrifugation à 100 000 *g* pendant deux heures (centrifugeuse Spinco) (Herring *et al.*, 1969) ;

— la myosine « libre » (ML) correspondant à la fraction de l'actomyosine soluble dans KCl 0,25 M (KHAN, 1962).

Les teneurs en protéines des diverses fractions ont été déterminées après dosage de l'azote par la méthode de Kjeldahl et par adoption du coefficient de transformation de 6,25.

L'extraction des protéines myofibrillaires a été réalisée sur six muscles et l'étude des fractions MT et ML sur trois d'entre eux.

RÉSULTATS ET DISCUSSION

Pendant la conservation, on a noté une légère augmentation de la teneur en matière sèche des échantillons étudiés. Cette dernière est, en effet, passée de 24,83 p. 100, 10 jours *post mortem*, à 26,17 p. 100 en fin de conservation, quarante-cinq jours *post mortem*.

Entre dix et quarante-cinq jours de conservation, on observe une diminution lente et régulière de l'extractibilité des protéines myofibrillaires, quelle que soit la forme d'actomyosine considérée (fig. 1). Dans le cas de l'actomyosine totale, le pourcentage de diminution est, durant cette période, de 25,6 p. 100 en moyenne, alors qu'il est de 23,2 p. 100 pour l'actomyosine après précipitation par l'acide trichloracétique. La précipitation par l'acide trichloracétique permet d'apprécier l'importance de la contamination de l'actomyosine par les ARN. Cette contamination, de l'ordre de 16 p. 100 en moyenne, ne paraît pas évoluer sensiblement au cours de la conservation. Les quantités d'ARN présentes dans cette fraction sont du même ordre de grandeur que celles que MIHALYI et ROWE (1966) ont trouvées sur le muscle de lapin dans des conditions d'extraction comparables. Cette stabilité des quantités d'ARN suggère d'autre part que l'activité ribonucléasique a été très faible, sinon nulle, pendant la période étudiée, ce qui paraît en accord avec l'hypothèse que cette activité lysosomale n'est pratiquement pas relarguée *post mortem*.

On constate que les quantités d'actomyosine totale extraite, qui représentaient environ 60 p. 100 du total des protéines myofibrillaires dix jours *post mortem*, sont encore relativement élevées après sept semaines environ de conservation. Les valeurs observées sont de l'ordre de celles qui ont été enregistrées par VALIN et PINKAS (1971) un jour *post mortem*. Il semblerait donc que la dénaturation des protéines myofibrillaires que pourrait traduire la diminution de leur solubilité soit un phénomène relativement limité, même après un laps de temps assez important après la mort.

Le tableau 1 indique l'évolution, avec le temps, de la solubilité des différentes fractions myofibrillaires étudiées.

TABLEAU I

Évolution, avec le temps, des protéines myofibrillaires

Délai de stockage (en jours)	Nombre d'observations	Pour 15 g de tissu frais (en mg)			En pourcentage	
		Actomyosine totale	Myosine libre	Myosine totale	Myosine totale / Actomyosine	Myosine libre / Myosine totale
10	3	892	460	726	81,4	63,2
17	3	837	465	725	86,5	64,1
24	3	758	459	652	86,0	70,5
31	3	715	462	598	83,6	77,2
45	3	690	474	546	79,0	86,8

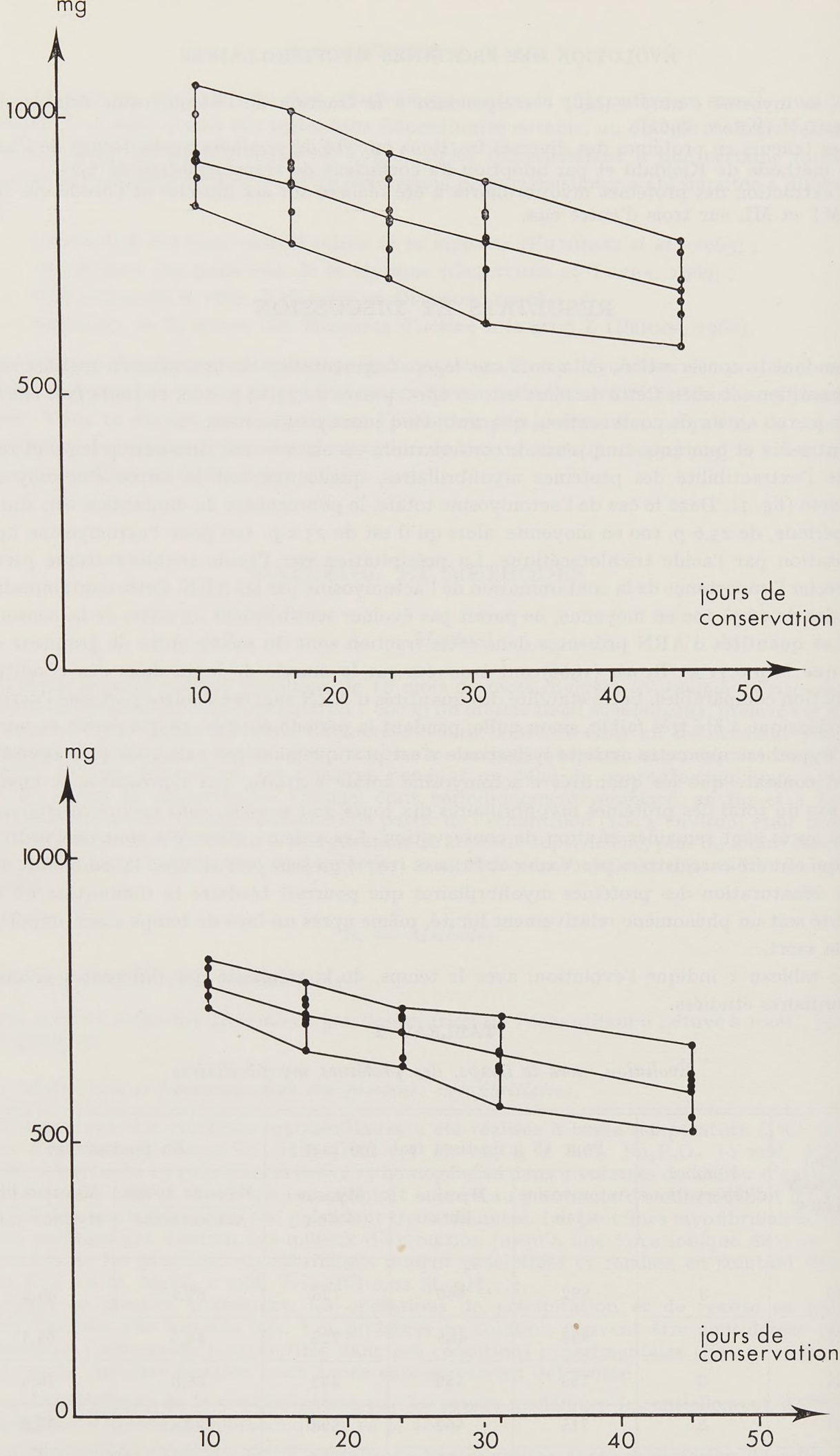


FIG. 1. — *Évolution, avec la durée de conservation, de l'actomyosine extractible totale* (en haut) *et de l'actomyosine extractible après précipitation à l'acide trichloracétique 10 p. 100* (en bas), *à partir de 15 g de muscle*

(La courbe centrale représente la valeur moyenne de 6 échantillons ; les courbes supérieure et inférieure indiquent pour chaque délai l'intervalle de variation observé et son évolution dans le temps.)

En valeur absolue la myosine totale extraite diminue d'environ 25 p. 100 entre dix et quarante-cinq jours *post mortem*. En pourcentage de l'actomyosine, cette fraction est relativement stable.

A l'opposé, l'extractibilité de la myosine libre reste pratiquement constante pendant cette période, mais on note que l'importance relative de cette fraction par rapport à la myosine totale augmente sensiblement. Ce phénomène traduit une diminution, en cours de conservation, de la force de liaison entre l'actine et la myosine dont l'association paraît devenir de plus en plus lâche avec le temps. On retrouve, pendant la période considérée ici, le même phénomène que celui qui avait été précédemment enregistré, mais de manière moins marquée, entre un et huit jours *post mortem* par Valin et Pinkas (1971).

Sur le plan technologique, les résultats obtenus méritent d'être examinés en rapport avec ce qu'il est convenu d'appeler le phénomène de la maturation de la viande. Le début de la période d'examen de nos échantillons, dix jours après la mort, se situe, en effet, à un stade où le phénomène s'est déjà largement manifesté, du moins avec le type d'animal considéré ici. De un à huit jours *post mortem*, on assiste à une augmentation de la solubilité des protéines myofibrillaires (Valin et Pinkas, 1971). En même temps, le travail et la force de cisaillement de la viande diminuent, ce qui traduit une amélioration de la tendreté de la viande. De huit à quinze jours *post mortem* (Valin et Goutefongea, travaux en cours) la solubilité myofibrillaire n'augmente plus et, parallèlement, le rapport du travail à la force de cisaillement demeure constant.

Le comportement de la viande de dix à quarante-cinq jours *post mortem*, caractérisé par une diminution progressive de l'extractibilité des protéines myofibrillaires, amène à penser que cette période correspond, sur ce plan, à un état notablement différent de celui qui le précède. Les conséquences de cette situation sur la tendreté et la rétention d'eau de la viande sont en cours d'exploration.

Reçu pour publication en janvier 1973.

REMERCIEMENTS

Nous remercions MM. Durand et Gaye pour l'aide matérielle qu'ils nous ont apportée pour réaliser certaines des manipulations de cette étude. Nous sommes reconnaissants à MM. Gaye et Mossé des observations et suggestions qu'ils nous ont faites à la lecture du manuscrit.

SUMMARY

LONG TIME CONSERVATION OF BEEF MUSCLE AT LOW TEMPERATURE AND LOW RELATIVE HUMIDITY. EVOLUTION OF MYOFIBRILLAR PROTEINS

Evolution of myofibrillar proteins was studied in beef *Semi membranosus* muscle, kept at + 0°5C in low relative humid atmosphere from 10 to 45 days *post mortem*. A slow decrease of actomyosin solubilization was observed ; in the same time, an increase of the rates of « free » to « total » myosin was shown. It is thus suggested that the association between actin and myosin became looser with time. The changes observed during the period of aging studied here seemed to be very different, so far the myofibrillar proteins are concerned, from the former one (1 to 8 days *post mortem*).

ZUSAMMENFASSUNG

LANGE KONSERVIERUNG BEI NIEDRIGER TEMPERATUR UND GERINGER FEUCHTIGKEIT DES RINDERMUSKELS : EVOLUTION DER MYOFIBRILLÄREN PROTEINE

Man hat die Evolution der myofibrillaren Proteine des bei + 0°5 C und bei geringer Feuchtigkeit während 10 bis 45 Tagen *post mortem* konservierten *halbhäutigen Rindermuskels* untersucht. Eine langsame Verminderung der Extraktionsfähigkeit des Aktomyosins wurde festgestellt. Gleichzeitig wurde eine Zunahme des Verhältnisses freies Myosin/totales Myosin beobachtet. Es wird vermutet, dass die Verbindung zwischen Aktin und Myosin mit der Zeit schlaffer wird.

Was die myofibrillären Protein anbetrifft, scheinen die während der hier untersuchten Konsvierungszeit beobachteten Veränderungen von denen, die im Laufe der erstenWoche nach der Schlachtung (1 bis 8 Tage *post mortem*) beobachtet wurden, sehr verschieden zu sein.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Davey C. L., Dickson M. R., 1970. Studies in meat tenderness. 8. Ultrastructural changes in meat during aging. *J. Food Sci.*, **35** (1), 56-60.

Fujimaki M., Arakawa N., Okitani A., Tagagi O., 1965. The changes of myosin B during storage of rabbit muscle. *J. Food Sci.*, **30** (6), 937-943.

Guenther H., Turba F., 1969. Changes of some protein fractions of beef muscle *post mortem*. *J. Food Sci.*, **34** (5), 469-470.

Herring H. K., Cassens R. G., Fukazawa T., Briskey E. J., 1969. Studies on bovine natural actomyosin. 2. Physico-chemical properties and tenderness of muscle. *J. Food Sci.*, **34** (6), 571-576.

Khan A. W., 1962. Extraction and fractionation of proteins in fresh chicken muscle. *J. Food Sci.*, **27** (5), 430-434.

Mihalyi E., Rowe A. J., 1966. Studies on the extraction of actomyosin from rabbit muscle. *Biochim. Z.*, **345**, 267-295.

Penny I. F., 1968. Effect of ageing on the properties of myofibrils of rabbit muscle. *J. Sci. Food. agric.*, **19**, 518-524.

Salé P., Valin C., 1970. Problèmes posés par la détermination des modifications de la structure du muscle au cours de la maturation. *16th European Meeting of Meat Research Workers*, Varna.

Valin C., Pinkas A., 1971. La maturation de la viande. Évolution *post mortem* de la tendreté et transformations biochimiques des protéines myofibrillaires. *Ann. Technol. agric.*, **20** (2), 167-178.

annales de technologie agricole

Trimestriel

1973

Vol. 22 . N° 2

INSTITUT NATIONAL DE LA RECHERCHE AGRONOMIQUE

Reproduction, même partielle, interdite sans autorisation des auteurs
et de l'Institut national de la Recherche agronomique
à l'exception des résumés

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (2), 75-90.

DÉTERMINATION DU TAUX D'OXYGÈNE DISSOUS ET DU POTENTIEL OXYDO-RÉDUCTEUR DES EAUX-DE-VIE D'ARMAGNAC AU COURS DE LEUR MATURATION

J. MOURGUES, C. JOURET * et M. MOUTOUNET *

Station d'Œnologie et de Technologie végétale, I. N. R. A., 11104 Narbonne

* *Laboratoire de Technologie des Produits végétaux, I. N. R. A., Centre de Recherches de Toulouse, B. P. 12, 31320 Castanet Tolosan*

RÉSUMÉ

Les analyseurs polarographiques peuvent être utilisés pour doser directement l'oxygène dissous dans les eaux-de-vie conservées en fûts ; ces appareils donnent des résultats en pourcentage de saturation par rapport à l'air et ne tiennent pas compte des facteurs qui modifient la solubilité de l'oxygène (température, degré alcoolique, teneur en extrait sec). La consommation d'oxygène par les eaux-de-vie est très faible comparativement à celle trouvée avec les vins. L'oxygène est toujours présent en quantité importante dans les eaux-de-vie ; le taux de saturation par rapport à l'air, toujours supérieur à 50 p. 100, varie en fonction de la température.

Le potentiel oxydo-réducteur peut être mesuré aussi dans les fûts de façon commode à l'aide d'une canne à électrodes. Il varie de 425 à 510 mV et son évolution est parallèle à celle de l'oxygène dissous, tout au moins pendant les trois premières années de maturation ; il n'y a plus de relation pour les eaux-de-vie ayant plus de cinq ans d'âge.

Mots clés : *eaux-de-vie, Armagnac, oxydations, vieillissement.*

INTRODUCTION

La maturation naturelle des eaux-de-vie de vin est la résultante de réactions chimiques et physico-chimiques nombreuses ; très schématiquement, au cours du séjour des alcools dans les fûts de chêne, on note l'extraction d'éléments du bois et

une concentration de certains composés initialement présents par évaporation de l'éthanol et de l'eau. On assiste ensuite à une série d'interactions chimiques entre ces divers constituants ; parmi celles-ci, les oxydations occupent une place importante. L'oxygène dissous dans l'eau-de-vie amène la formation de peroxydes, oxydants intermédiaires, qui transmettent leur oxygène à d'autres constituants possédant une forme oxydée plus stable que la leur (DJANPOLADYAN et PETROSYAN, 1957). De l'eau oxygénée et des hydroperoxydes d'aldéhydes ont été décelés dans les eaux-de-vie (SKOURIKINE, 1972) ; il y aurait également formation de quinones au cours de l'oxydation des tanins (SHPRITSMAN, 1962). Le bois et divers oligo-éléments (cuivre, manganèse, fer) interviennent comme catalyseurs ; parmi les travaux récents concernant le rôle catalytique des oligo-éléments, on note ceux de LINDEMANN (1967), de DJANPOLADYAN, KHANEMIRYAN, TORGOMYAN (1971). Sous l'effet des oxydations, l'alcool est transformé partiellement en éthanal puis en acide acétique, la lignine donne naissance à des aldéhydes aromatiques, notamment à la vanilline, et le goût astringent et amer des tanins disparaît pour donner un caractère de « rance » aux vieux cognacs.

Parmi les méthodes utilisées pour suivre ces phénomènes oxydatifs figure notamment la détermination de l'oxygène dissous et du potentiel oxydo-réducteur. Le dosage chimique de l'oxygène est long et très délicat dans un milieu aussi complexe. Par contre, de nouveaux appareils polarographiques ou ampérométriques donnent des déterminations instantanées de l'oxygène dissous. Ces appareils équipés d'électrodes du type Clark ou Mackereth, recouvertes ou non de membranes perméables aux gaz, ont été utilisés pour doser l'oxygène dans les vins par OUGH et AMERINE (1959), CANT (1960), HENNIG et LAY (1963), BIELIG (1966), LIPIS, GRINBERG et MANOUILLOVA (1967), RANKINE et POCOK (1969) et tout récemment dans les eaux-de-vie par MANOUILOVA, LIPIS et KOLESNITCHENKO (1972 *a*), HAESELER, MISSELHORN, UNDERBERG (1972).

Le potentiel oxydo-réducteur déterminé par électrométrie complète les dosages d'oxygène dissous et indique le niveau de l'état d'oxydo-réduction du milieu résultant de l'équilibre entre diverses réactions. LAFON (1971) différencie à partir de cette notion les maturations naturelles et artificielles qui se déroulent respectivement à bas et haut potentiel oxydo-réducteur. Les valeurs de ce potentiel ont été déterminées dans les eaux-de-vie en fûts par LASHKHI (1963), SIRBILADZE et SPHRITSMAN (SKOURIKINE, 1968) ou en bouteilles par BALANESCU, SANDULESCU, CRISTESCU (1963) afin de contrôler les phénomènes de maturation et d'essayer de caractériser l'âge des eaux-de-vie. HAESELER, MISSELHORN, UNDERBERG (1972) ont également suivi par cette détermination le comportement d'eaux-de-vie conservées sous atmosphère d'air, d'oxygène et d'azote en petits récipients. Malheureusement les modalités des mesures n'ont pas été bien précisées et les déterminations en fûts portent sur des eaux-de-vie d'âge différent, mais pas sur la même eau-de-vie suivie au cours de sa maturation.

Avant de commencer une telle étude directement dans les chais de vieillissement, nous avons précisé au laboratoire les techniques de détermination électrométrique de l'oxygène dissous et du potentiel oxydo-réducteur, étudié les facteurs de solubilité de l'oxygène dans les alcools et chiffré la consommation de ce gaz par des eaux-de-vie.

MÉTHODES EXPÉRIMENTALES ET MATÉRIEL UTILISÉ

A. — *Conduite des essais*

Les eaux-de-vie et le bois de chêne destinés aux essais de laboratoire ont été fournis par la Cave des Producteurs réunis de Nogaro (zone d'appellation Bas Armagnac). Nous avons utilisé également pour notre expérimentation un extrait de chêne commercial en poudre.

Deux essais ont été mis en place aux chais de Nogaro, respectivement en janvier 1968 (1er essai) et en avril 1970 (2e essai). Pour chaque essai, une eau-de-vie fraîchement distillée et homogénéisée a été logée dans quatre fûts de chêne de 400 litres environ. Les déterminations analytiques concernent seulement les trois premiers fûts, le quatrième servant à compléter les trois autres après les prélèvements d'échantillons.

Les fûts sont entreposés dans des chais traditionnels où la température et le degré hygrométrique sont enregistrés.

En 1972, des mesures complémentaires ont été faites au chai de la Cave coopérative de Condom (zone d'appellation Ténarèze) qui recèle les eaux-de-vie très âgées.

B. — *Déterminations analytiques*

a) *Mesures de l'oxygène dissous*

Nous avons utilisé pour les déterminations un flacon de type Woolf de 500 ml de capacité ; l'électrode de l'analyseur d'oxygène utilisé (Beckman, modèle 777) est insérée dans l'ouverture inférieure à l'aide d'un bouchon percé selon son grand axe. L'ouverture supérieure est munie d'un autre bouchon de caoutchouc supportant deux tubulures. La plus longue permet l'aération ou la désaération des eaux-de-vie au cours des essais de laboratoire, ou encore l'arrivée de l'eau-de-vie par siphonnage en provenance des fûts ; l'autre permet la sortie du gaz ou des eaux-de-vie.

Pour avoir des mesures stables et correctes, l'eau-de-vie a été renouvelée constamment au niveau de l'électrode à l'aide d'une agitation par barreau magnétique.

b) *Potentiel oxydo-réducteur*

Deux types d'électrodes de platine ont été testés sur le vase à électrodes (Deibner, 1966) :

— type A : électrodes doubles, à fil terminé par une boule (Deibner, Mourgues, 1966) ;
— type B : électrodes simples, constituées par un fil scellé dans une tige de verre et arasé (Deibner, Mourgues, 1969).

En outre, une canne de deux mètres de long, à tige en acier inoxydable et munie d'une électrode du type B, a été expérimentée dans les chais, comparativement à la technique utilisant un vase à électrodes, dans le but de simplifier le mode opératoire.

Avant chaque série de mesures, les électrodes du type A ont été nettoyées successivement à l'eau oxygénée, aux acides nitrique et chlorhydrique, selon Deibner, Mourgues (1967 *a*) et les électrodes du type B avec un papier abrasif fin.

Les électrodes de référence sont des électrodes au calomel, à rodage, pour vase à électrodes, et l'appareil de mesure est un pH-mètre portatif Photovolt modèle 126.

Les valeurs du potentiel oxydo-réducteur sont toujours rapportées à l'électrode normale à hydrogène.

c) *Autres déterminations analytiques*

Les composés phénoliques ont été déterminés à l'aide de la méthode de Pro (1952) avec étalonnage en acide gallique (Singleton et Rossi, 1965).

Le pH a été mesuré par électrométrie ; les résultats donnés correspondent aux valeurs lues sur le pH-mètre non corrigées par la formule du pH pondéré (Levasseur, 1949 ; Cabannes, 1953).

RÉSULTATS

A. — *Essais de laboratoire*

a) *Mesure de l'oxygène dissous.*

Des séries d'aérations et de désaérations successives, effectuées dans des conditions identiques, ont montré que l'électrode à oxygène donne des mesures très reproductibles ; il convient, cependant, de régénérer l'électrode après un jour de fonctionnement.

Pour la commodité des mesures dans les chais, nous avons étalonné l'appareil en pourcentage de saturation par rapport à l'air ; dans ces conditions, les eaux-de-vie saturées d'air, de même que les vins et l'eau, n'atteignent jamais 100 p. 100 de saturation ; les valeurs trouvées sont comprises entre 95 et 97 p. 100.

L'appareil utilisé indique la pression partielle de l'oxygène dans l'eau-de-vie mais ne peut donner directement une mesure quantitative en volume ou en poids. En effet, on ne connaît pas d'une façon précise l'influence des facteurs qui modifient la solubilité de l'oxygène dans l'eau-de-vie, notamment l'influence du taux en éthanol, de la qualité de l'extrait sec et de la température du liquide. Les données de la littérature ne permettent qu'une transformation approximative des résultats obtenus en mg d'oxygène par litre. SCHLAPFER, AUDIKOWSKI, BUKOWIECKI (1949) ont étudié à l'aide d'un dosage iodométrique la solubilité de l'oxygène de l'air dans l'eau et l'éthanol en fonction de la température (fig. 1). La concentration en oxygène diminue dans les deux solvants lorsque la température augmente et, pour une même température, la concentration en oxygène dans l'éthanol est beaucoup plus grande que dans l'eau.

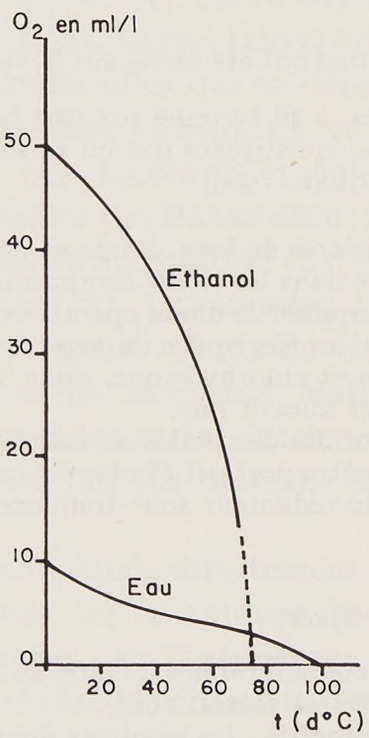


FIG. 1. — *Solubilité de l'oxygène dans l'eau et l'éthanol en fonction de la température* d'après SCHLAPFER, AUDIKOWSKI, BUKOWIECKI (1949)

La formule donnée par Uhlig (1937) permet d'expliquer ces différences ; en effet, il existe entre la solubilité d'un gaz dans un solvant et la tension superficielle de ce dernier la relation suivante :

$$\text{Log } L = \frac{E - 4\,r^2\gamma}{k\,T}$$

L : coefficient d'Ostwald $\left(\frac{\text{concentration du gaz dans la phase liquide}}{\text{concentration du gaz dans la phase gazeuse}}\right)$

γ : tension superficielle du solvant

r : rayon de la molécule de gaz

E : énergie d'interaction entre les molécules du gaz et celles du solvant.

Dans le cas précédent, l'éthanol a une tension superficielle inférieure à celle de l'eau (22,20 contre 72,75 dynes/cm).

La courbe de la figure 2 qui donne la concentration en oxygène en fonction de la concentration en éthanol montre que la solubilité de l'oxygène diminue légèrement entre 0 et 30°GL, puis augmente rapidement après 30°GL. Les mêmes observations ont été faites par Manouilova, Lipis, Kolesnitchenko (1972 *b*) en dosant l'oxygène par chromatographie en phase gazeuse. Ces constatations expliquent que la solubilité de l'oxygène dans les vins diminue lorsque la teneur en alcool augmente alors que le phénomène inverse se produit pour les eaux-de-vie qui ont un degré alcoolique toujours supérieur à 30°GL.

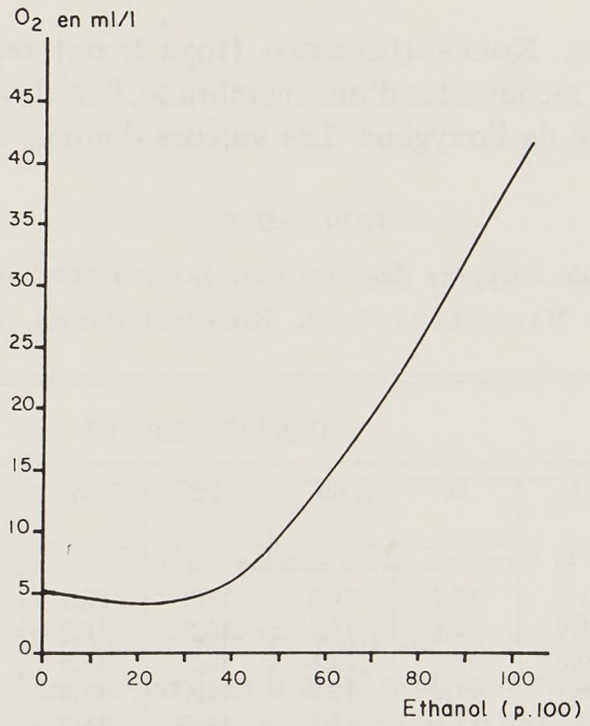


Fig. 2. — *Solubilité de l'oxygène dans les mélanges eau-éthanol à 30°C*
d'après Schlapfer, Audikowski, Bukowiecki (1949)

Les auteurs précédents ont étudié l'influence de l'extrait sec sur la solubilité de l'oxygène dans des solutions synthétiques imitant les eaux-de-vie de vin. Comme le montre la courbe de la figure 3, à l'augmentation de la teneur en extrait correspond la

diminution de la solubilité, ce qui est en concordance avec le principe général concernant la diminution de la solubilité des gaz en fonction de l'augmentation de la teneur en substances non volatiles dans un solvant.

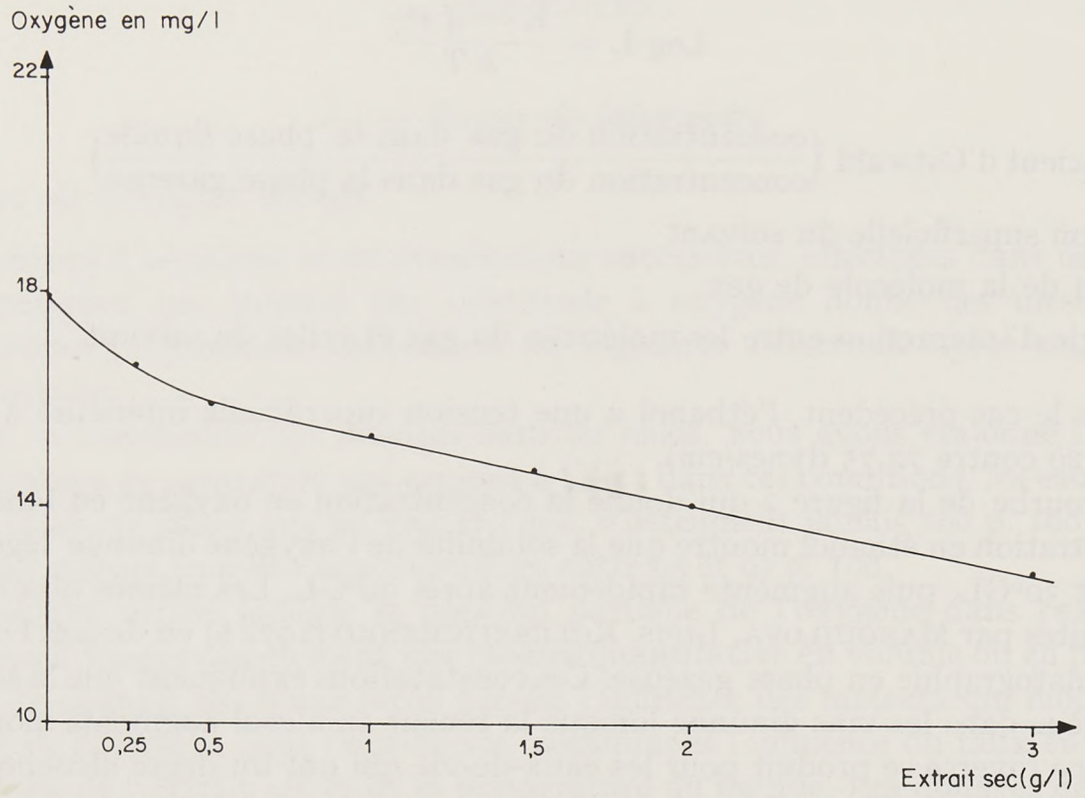


FIG. 3. — *Solubilité de l'oxygène dans les eaux-de-vie en fonction de la teneur en extrait sec* d'après MANOUILOVA, LIPIS, KOLESNITCHENKO (1972 *a*)

MANOUILOVA, LIPIS, KOLESNITCHENKO (1972 *a*) ont repris par polarographie à électrodes solides, non recouvertes d'une membrane, l'étude de l'influence des divers facteurs sur la solubilité de l'oxygène. Les valeurs données dans le tableau I sont

TABLEAU I

Solubilité de l'oxygène dans les eaux-de-vie à 20°C (1) *en mg/l*
d'après MANOUILOVA, LIPIS, KOLESNITCHENKO, 1972 *a*

Extrait sec (g/l)	Degré alcoolique GL								
	40	45	50	60	62	64	66	68	70
0,0	9,3	11,2	13,1	16,5	17,3	18,1	19,0	20,0	21,0
0,5	9,2	11,0	12,6	15,5	15,9	16,5	17,4	18,2	19,1
1,0	9,0	10,8	12,2	14,6	15,2	15,8	16,5	17,2	18,0
2,0	9,0	10,7	11,8	13,8	14,4	15,0	15,8	16,7	17,3
3,0	8,9	10,6	11,4	13,1	13,6	14,2	15,0	15,7	16,4
12,0	8,5	9,9	10,6	—	—	—	—	—	—
15,0	8,3	9,7	10,3	—	—	—	—	—	—
17,0	8,1	9,5	10,1	—	—	—	—	—	—

(1) Coefficient de correction à appliquer pour tenir compte de la température :

0°C	5°C	10°C	15°C	20°C	25°C	30°C	35°C	40°C
1,15	1,12	1,10	1,05	1,00	0,95	0,90	0,85	0,80

actuellement les plus complètes ; nous avons cependant exprimé les résultats en pourcentage de saturation par rapport à l'air et nous avons seulement utilisé le tableau 1 pour chiffrer approximativement la consommation d'oxygène par les eaux-de-vie en fonction du temps.

b) *Solubilité de l'oxygène dans certaines conditions expérimentales ; consommation d'oxygène par les eaux-de-vie.*

Les eaux-de-vie dissolvent plus rapidement l'oxygène de l'air que l'eau : une eau-de-vie désaérée par de l'azote et laissée au contact de l'air voit son taux de saturation en oxygène passer à 88 p. 100 au bout de 1 h 30, alors qu'il n'est que de 36 p. 100 pour l'eau placée dans les mêmes conditions ; inversement, lorsqu'on balaye la surface d'une eau-de-vie saturée d'air par de l'azote, le taux de saturation tombe à 20 p. 100 en 30 minutes alors qu'il est encore de 74 p. 100 pour l'eau. De même, avec des conditions d'aération identiques, on atteint plus vite la saturation avec une eau-de-vie qu'avec l'eau (fig. 4).

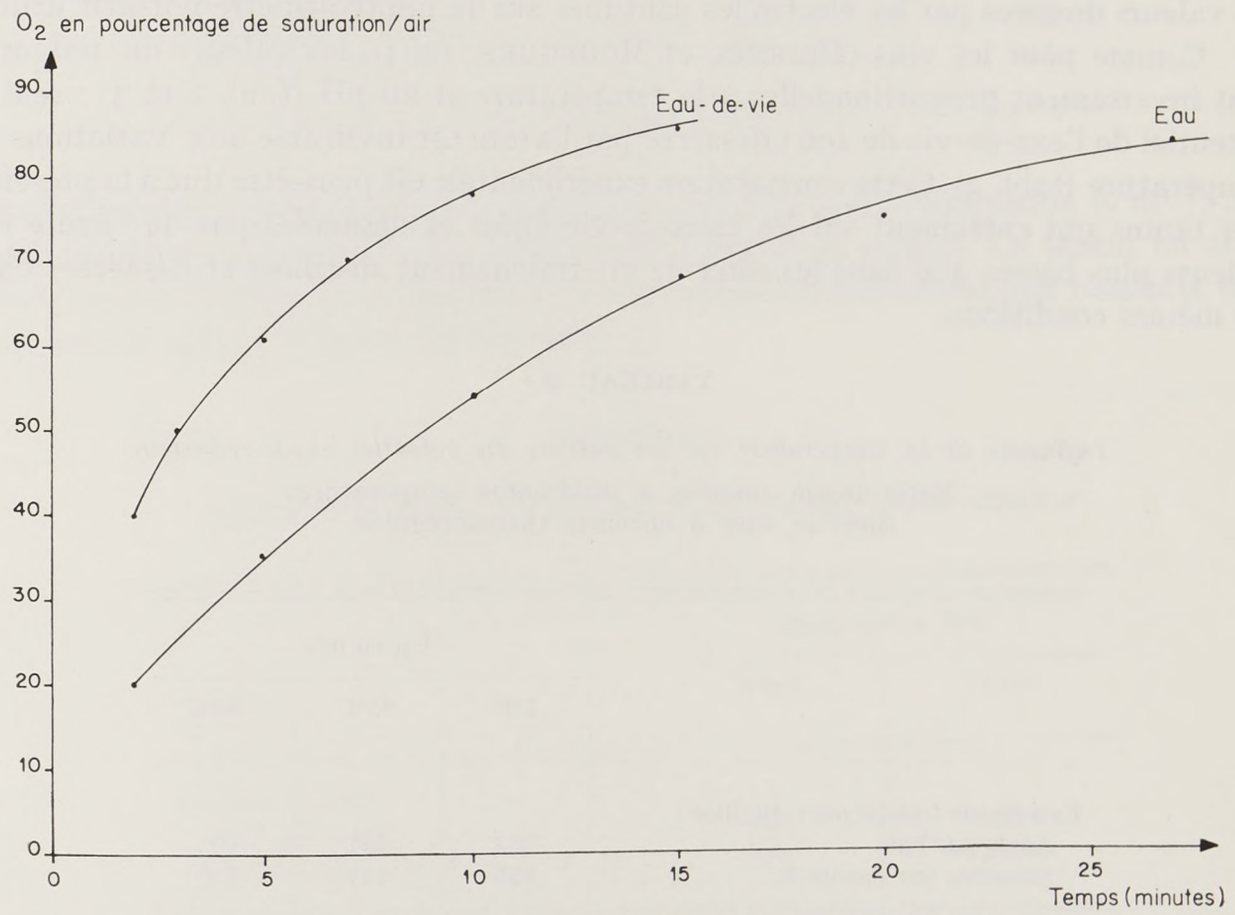


FIG. 4. — *Aération comparative d'une eau-de-vie et de l'eau*

La consommation d'oxygène par les eaux-de-vie serait, d'après SKOURIKHINE (1968), de 0,25 mg par litre et par jour à 25°C pour une eau-de-vie fraîchement distillée. Quand on ajoute respectivement 300 et 600 mg d'extrait de bois, la consommation passe à 0,40 et 0,53 mg par litre et par jour. Nous avons trouvé, sur des eaux-de-vie conservées pendant 30 jours à 20°C dans des erlenmeyers de 500 ml bouchés, les consommations suivantes en mg d'oxygène par litre et par jour :

— 0,104 pour une eau-de-vie fraîchement distillée ;
— 0,422 pour la même eau-de-vie additionnée de 500 mg par litre d'extrait de chêne commercial ;

— 0,328 pour la même eau-de-vie additionnée de 6 g de bois de chêne par litre ;
— 0,114 pour une eau-de-vie de 7 ans d'âge.

Comparativement au vin cette consommation est très faible.

c) *Mesure du potentiel oxydo-réducteur.*

Comme pour les vins, le potentiel oxydo-réducteur des eaux-de-vie dépend beaucoup de l'oxygène dissous ; en effet les systèmes oxydo-réducteurs sont des systèmes lents, faiblement électroactifs et à faible concentration. Les résultats dépendant du mode opératoire, il est nécessaire de le préciser.

Comme le balayage de la surface d'une eau-de-vie par de l'azote entraîne rapidement l'élimination de l'oxygène du milieu, nous avons modifié le mode opératoire utilisé pour les vins (DEIBNER, 1966). L'eau-de-vie est siphonnée dans le vase à électrodes désaéré par de l'azote ; après avoir fait circuler l'eau-de-vie pour renouveler plusieurs fois son contenu, le vase est laissé entièrement plein. Au bout de 15 minutes, les valeurs données par les électrodes sont lues sur le millivoltmètre portatif utilisé.

Comme pour les vins (DEIBNER et MOURGUES, 1964), les valeurs du potentiel sont inversement proportionnelles à la température et au pH (tabl. 2 et 3) ; seul le potentiel de l'eau-de-vie de 1963 désaérée par l'azote est insensible aux variations de température (tabl. 2). Cette constatation expérimentale est peut-être due à la présence des tanins qui entraînent sur les eaux-de-vie âgées et désaérées par de l'azote des valeurs plus basses que dans les eaux-de-vie fraîchement distillées et désaérées dans les mêmes conditions.

TABLEAU 2

Influence de la température sur les valeurs du potentiel oxydo-réducteur

Eaux-de-vie amenées à différentes températures dans le vase à enceinte thermorégulée

	E_H en mV		
	5°C	15°C	30°C
Eau-de-vie fraîchement distillée :			
Aérée par l'air	503	491	495
Désaérée par l'azote R.	485	471	460
Eau-de-vie 1963 :			
Aérée par l'air	548	501	462
Désaérée par l'azote R.	380	375	385

Lorsque divers facteurs sont légèrement modifiés, on constate l'inversion de certains résultats ; ainsi le potentiel d'une eau-de-vie fraîchement distillée et aérée, mesuré à 15°C (tabl. 2) est inférieur à celui d'une eau-de-vie aérée de 1963 alors que l'on retrouve l'inverse (tabl. 3) pour les mêmes eaux-de-vie dont on a modifié légèrement la température, le pH et les conditions de conservation.

Lorsqu'on abaisse le degré alcoolique de l'eau-de-vie, le potentiel oxydo-réduc-

TABLEAU 3

Valeur du potentiel oxydo-réducteur d'eaux-de-vie amenées à différents pH et conservées pendant 45 jours en flacons bouchés à 20°C

	E_H en mV à 20°C		
	pH 2	pH 4	pH 6
Eau-de-vie fraîchement distillée (pH initial 4,3) :			
Telle quelle	570	487	460
Désaérée par l'azote R	540	480	450
Aérée par l'air	617	520	475
Eau-de-vie 1963 (pH initial 3,63) :			
Telle quelle	570	440	355
Désaérée par l'azote R	530	370	316
Aérée par l'air	580	480	385

teur augmente légèrement après aération (25 mV) et après désaération (9 mV), mais cette différence correspond au coefficient d'erreur de la mesure. La teneur en alcool n'a que peu d'influence sur les valeurs du potentiel contrairement aux résultats trouvés pour le taux d'oxygène dissous (tabl. 4).

TABLEAU 4

Influence de l'alcool sur les valeurs du potentiel oxydo-réducteur

	E_H en mV à 20°C	
	54°GL	27°GL
Eau-de-vie 1963		
Aérée par l'air	495	520
Désaérée par l'azote R	371	380

Les valeurs du potentiel dépendent aussi de la nature des électrodes ; les électrodes de platine du type B donnent sur le vase à électrodes des valeurs supérieures de 10 à 20 mV à celles données par les électrodes du type A.

La variabilité des mesures dépend donc de la température, du pH, de la teneur en oxygène dissous, en composés phénoliques, tandis que la relativité est conditionnée par le mode opératoire, l'agencement des électrodes, leur traitement. Cette relativité déjà observée sur les vins (DEIBNER et MOURGUES, 1967 *b*) a nécessité la normalisation du mode opératoire afin de comparer valablement les résultats donnés par différents auteurs.

B. — *Essais en chais*

a) *Oxygène dissous.*

L'oxygène est continuellement présent dans les eaux-de-vie conservées en fûts : le taux de saturation en oxygène par rapport à l'air, toujours supérieur à 50 p. 100, varie en fonction de la température (fig. 5). Quand cette dernière augmente, il y a une légère diminution du taux d'oxygène due à une solubilité moindre et à une consommation plus importante par l'accélération des réactions d'oxydation.

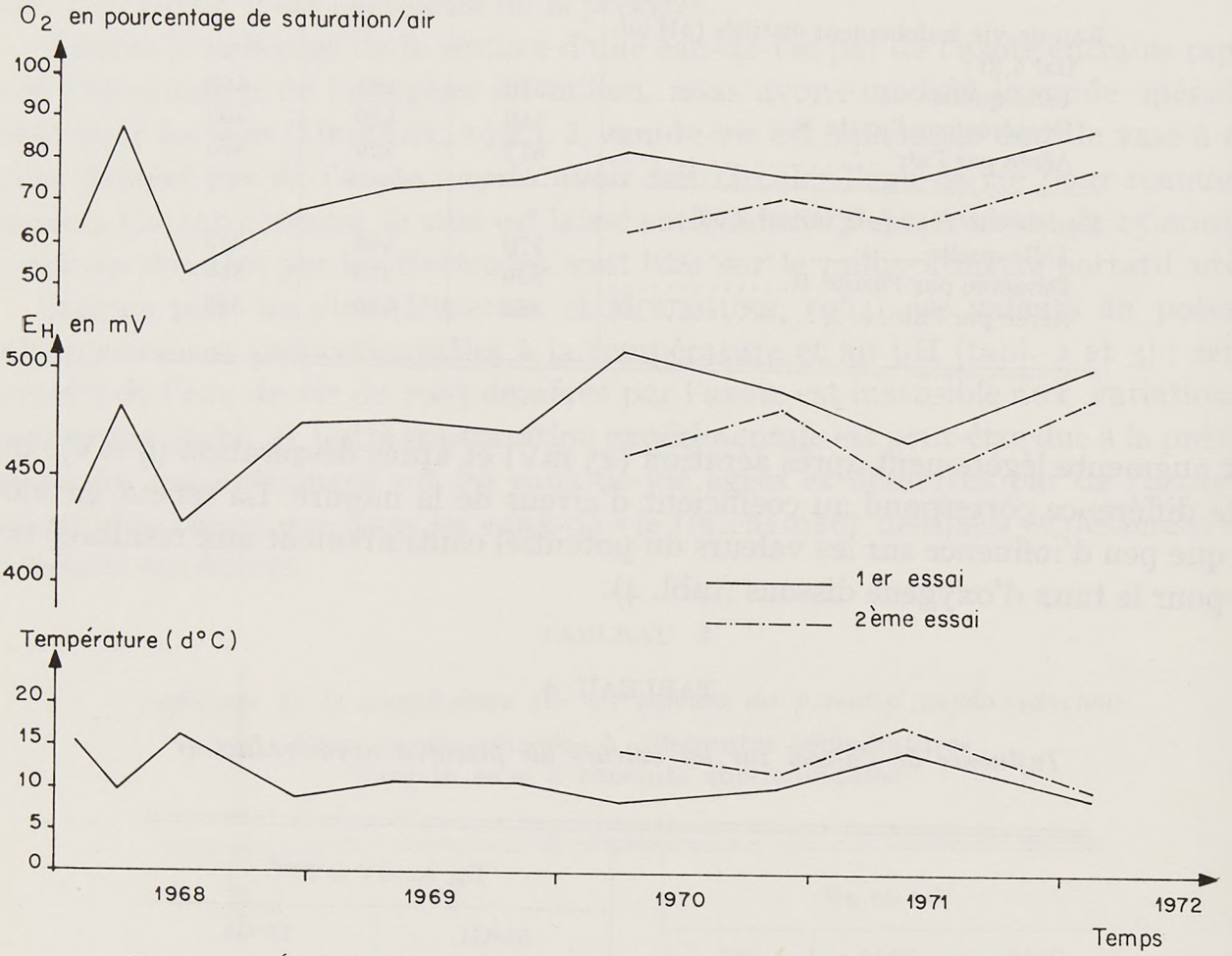


FIG. 5. — *Évolution du taux d'oxygène dissous, du potentiel oxydo-réducteur et de la température sur les eaux-de-vie conservées en fûts*
(moyennes des trois fûts pour chaque essai)

Comparativement au premier essai, l'eau-de-vie du deuxième essai est moins riche en oxygène. Cela est dû à la température supérieure du chai, à un degré alcoolique légèrement plus faible, à une teneur en composés phénoliques plus importante.

L'augmentation rapide des composés phénoliques dans le deuxième essai (fig. 6) provient principalement de l'utilisation de fûts neufs ; ceux du premier essai avaient déjà servi à la conservation d'autres eaux-de-vie.

Les teneurs importantes en oxygène correspondent à celles (6 à 14 mg/l) trouvées par les auteurs russes (DJANPOLADYAN et PETROSYAN, 1957 ; LASCHKI, 1963). Cela est dû à une faible consommation compensée par une arrivée d'oxygène provenant surtout du vide ou « creux » situé sous la bonde. En effet, en raison de la dilatation importante de l'eau-de-vie avec la température, on doit laisser au moins deux litres de vidange par hectolitre d'eau-de-vie. La quantité d'oxygène passant par les pores

du bois est très faible ; elle serait, d'après Ribéreau-Gayon (1932), de l'ordre de 3 à 7 mg d'oxygène par litre et par an pour un fût de 225 litres. L'aération se fait donc, comme pour les vins, exclusivement par la surface de l'eau-de-vie alors que l'évapora-

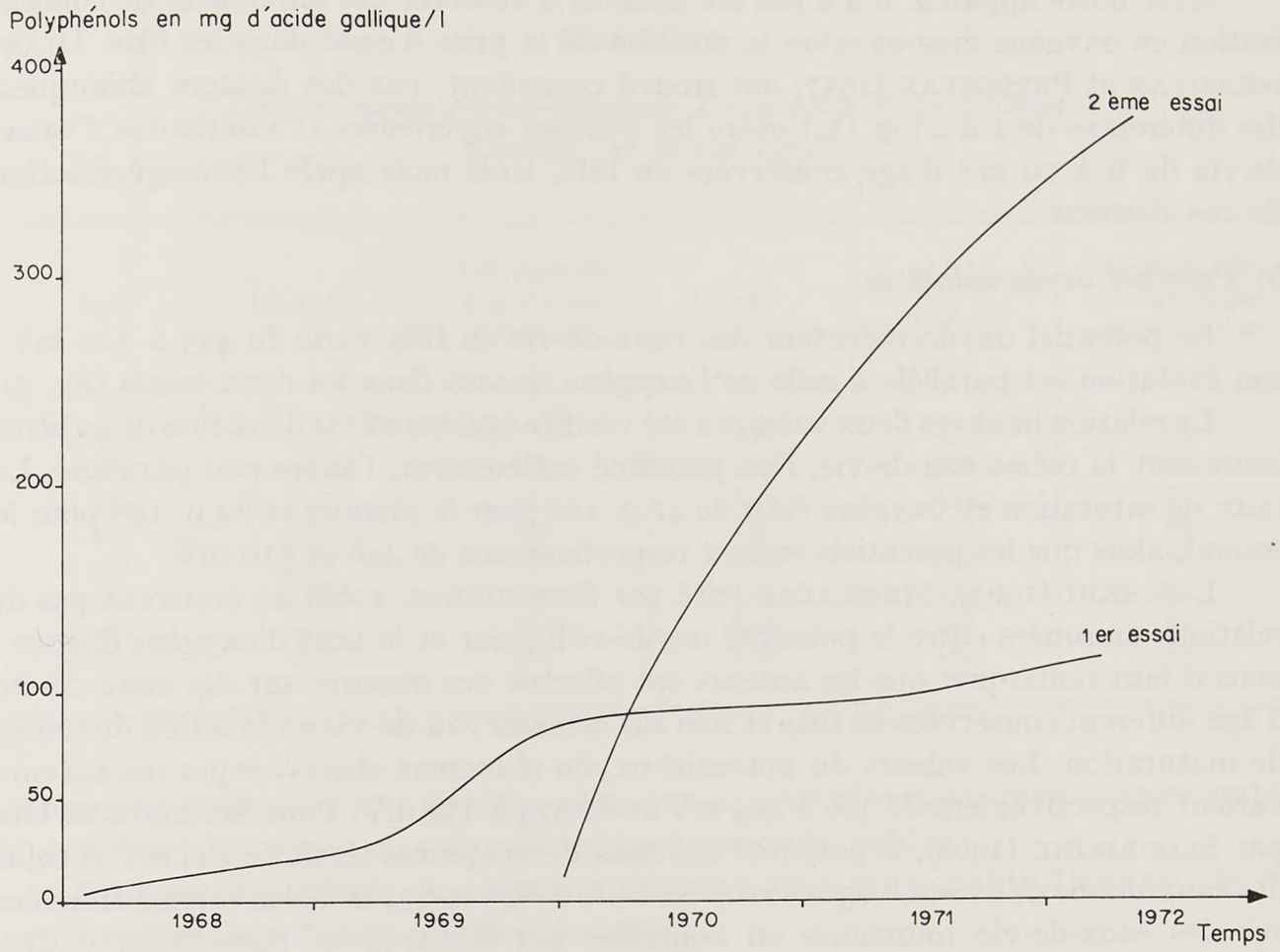


Fig. 6. — *Enrichissement en composés phénoliques des eaux-de-vie conservées en fûts*

tion se fait par les parois. A ce sujet et afin de diminuer les pertes, Sirbiladze (1971) recommande de vernir les parois extérieures des fûts et de paraffiner les bondes ; on réduit ainsi les pertes de 50 p. 100 tout en assurant au produit des qualités organoleptiques supérieures.

Après un séjour plus ou moins long dans les fûts de 400 litres, l'eau-de-vie d'Armagnac est stockée dans des foudres de grande capacité allant de 50 à 180 hectolitres. Dans ce cas, la concentration en oxygène dissous est voisine de celle observée dans les fûts de 400 litres le même jour. C'est ainsi que les taux de saturation en oxygène des eaux-de-vie de Nogaro de la récolte 1965-1966, stockées en foudre de 180 hectolitres, étaient en février 1972 respectivement de 84 et 83 p. 100 pour une température de 9°5C. Ces valeurs élevées peuvent s'expliquer par les faibles consommations d'oxygène par des eaux-de-vie de plus de cinq ans d'âge et par la présence d'une large surface de contact avec l'air à la partie supérieure du foudre.

En règle générale, les eaux-de-vie fraîchement distillées sont placées dans les fûts traditionnels de 400 litres où, comme pour les eaux-de-vie de Cognac, la maturation est plus rapide par suite d'un rapport surface/volume favorable aux échanges avec les parois des fûts.

Pour ce qui est de la technique de mesure dans les chais, il est obligatoire, avec l'appareil Beckman, d'opérer par siphonnage et agitation magnétique. D'autres

appareils possédant des électrodes à immersion munies d'un dispositif pour la circulation ou l'agitation continue peuvent être utilisées *in situ* pour mesurer l'oxygène dans les fûts.

Avec notre appareil, il n'a pas été possible d'observer des différences de concentration en oxygène dissous selon la position de la prise d'essai dans les fûts. DJANPOLADYAN et PETROSYAN (1957) ont trouvé cependant, par des dosages chimiques, des différences de 1 à 2 mg O_2/l entre les couches supérieures et inférieures d'eaux-de-vie de 6 à 10 ans d'âge conservées en fûts, trois mois après l'homogénéisation de ces derniers.

b) *Potentiel oxydo-réducteur.*

Le potentiel oxydo-réducteur des eaux-de-vie en fûts varie de 425 à 510 mV ; son évolution est parallèle à celle de l'oxygène dissous dans les deux essais (fig. 5).

La relation liant ces deux valeurs a été vérifiée également sur deux fûts de 50 litres contenant la même eau-de-vie, l'un paraffiné entièrement, l'autre non paraffiné. Le taux de saturation en oxygène était de 42 p. 100 pour le premier et 84 p. 100 pour le second, alors que les potentiels étaient respectivement de 448 et 510 mV.

LASCHKHI (1963), SIRBILADZE (cité par SKOURIKINE, 1968) ne trouvent pas de relations marquées entre le potentiel oxydo-réducteur et le taux d'oxygène dissous ; mais il faut remarquer que les auteurs ont effectué des mesures sur des eaux-de-vie d'âge différent conservées en fûts et non sur la même eau-de-vie en fonction du temps de maturation. Les valeurs du potentiel oxydo-réducteur observées par ces auteurs varient respectivement de 386 à 493 mV et de 375 à 450 mV. Pour SHPRISTMAN cité par SKOURIKINE (1968), le potentiel des eaux-de-vie jeunes serait de 444 mV et celui des eaux-de-vie de 11 ans d'âge conservées en fûts de 344-374 mV ; les valeurs trouvées sur des eaux-de-vie roumaines en bouteilles par BALANESCU, SANDULESCU, CRITESCU (1963) sont plus élevées (432 à 574 mV).

La température de l'eau-de-vie est le facteur qui influence le plus les valeurs du potentiel oxydo-réducteur ; ces dernières, comme pour l'oxygène, sont plus élevées pour les fûts du premier essai conservés à température plus basse. Le pH diminue légèrement au cours de la maturation (de 4,43 à 4,12 pour le premier essai, de 4,07 à 3,90 pour le deuxième essai) alors que les composés phénoliques extraits du bois augmentent beaucoup dans le deuxième essai (fig. 6) ; ces deux facteurs ne modifient pas beaucoup les valeurs du potentiel oxydo-réducteur qui est surtout fonction du taux d'oxygène dissous.

Pour ce qui est de la technique de mesure, l'utilisation d'une canne-électrode de platine est commode et rapide comparativement à la mesure sur le vase à électrode ; les différences observées sont identiques à celles trouvées sur des mesures au laboratoire (10 à 20 mV).

A l'aide d'une canne-électrode, on peut opérer directement dans les fûts et à différents niveaux. C'est ainsi que nous avons pu observer que le potentiel diminuait du voisinage de la bonde jusqu'au fond du fût de 5 à 8 mV, l'électrode au calomel non immergeable étant placée à la surface de l'eau-de-vie. Les déterminations futures devraient s'effectuer à l'aide de cannes à électrodes combinées. Les électrodes du type B paraissent convenir pour les eaux-de-vie et sont d'une régénération facile.

Les potentiels d'eaux-de-vie d'âge différent mesurés le même jour au chai de Condom à l'aide de la canne-électrode de platine dans des fûts de 400 litres varient

entre 450 et 540 mV ; il y a une augmentation jusqu'à cinq ans d'âge puis ensuite une diminution (tabl. 5). La relation liant le taux de saturation en oxygène au potentiel n'est valable que pour les cinq premières années de maturation ; par la suite, le

TABLEAU 5

Caractéristiques physico-chimiques d'eaux-de-vie d'âge différent
(Condom, 22 février 1972)

Age	Degré GL	Polyphénols (mg d'acide gallique/l)	pH	E_H en mV à 9°C	O_2 en p. 100 saturation par rapport à l'air
Un mois	56,0	8	3,81	472	64
3 ans	55,0	136	3,95	485	84
4 ans	54,5	111	3,90	465	76
6 ans	52,0	419	3,00	540	88
11 ans	54,5	522	3,16	500	88
16 ans	49,8	344	3,34	480	88
27 ans	47,0	544	3,40	540	84
30 ans	46,2	600	3,60	460	88

potentiel oxydo-réducteur diminue alors que le taux d'oxygène dissous reste stable et que l'enrichissement en composés phénoliques reste faible.

Il paraît très difficile de pouvoir caractériser l'âge et la qualité d'une eau-de-vie par la valeur du potentiel oxydo-réducteur.

CONCLUSION

Les analyseurs polarographiques peuvent être utilisés pour doser, d'une façon commode et rapide, l'oxygène dissous dans les eaux-de-vie conservées en fûts. Ces appareils donnent les résultats en pourcentage de saturation par rapport à l'air. Cette expression est intéressante et significative par certains côtés, mais doit être complétée par un dosage quantitatif pour permettre de mieux comprendre l'influence des divers facteurs jouant sur la solubilité du gaz (température, extrait sec, alcool).

L'oxygène est toujours présent en quantité importante dans les eaux-de-vie conservées en fûts de chêne (le taux de saturation par rapport à l'air est toujours supérieur à 50 p. 100). La consommation d'oxygène par les eaux-de-vie est très faible comparativement à celle trouvée pour les vins. Elle dépend de la température et de la teneur en composés phénoliques.

Le potentiel oxydo-réducteur peut être mesuré dans les fûts à l'aide d'une canne-électrode d'un maniement plus commode que le vase à électrodes rempli par siphonnage. Il varie de 425 à 510 mV ; son évolution est parallèle au taux d'oxygène dissous tout au moins pendant les trois premières années de maturation : il n'y a plus de relation pour des eaux-de-vie ayant plus de cinq ans d'âge. Les substances phénoliques

(tanins, lignine) et les produits de leur transformation interviennent aussi, mais à un degré moindre, dans l'état d'oxydo-réduction du milieu ; l'intervention des peroxydes et des catalyseurs qui modifient la vitesse des réactions est très importante. Le potentiel oxydo-réducteur pourra compléter dans une certaine mesure la possibilité de contrôler des expérimentations de maturation d'eaux-de-vie en récipients clos.

Cette première approche de la connaissance de l'état oxydatif des eaux-de-vie durant la maturation traditionnelle doit être précisée pour permettre une rationalisation du vieillissement encore purement empirique.

Reçu pour publication en février 1973.

SUMMARY

DETERMINATION OF THE RATE OF DISSOLVED OXYGEN AND REDOX POTENTIAL OF ARMAGNAC BRANDIES DURING THEIR MATURATION

Polarographic analyzers can be used to directly titrate the dissolved oxygen in brandies stored in casks ; these appliances give results as a percentage of saturation in relation to air and ignore factors which modify the solubility of oxygen (temperature, alcoholic strength, dry extract content). Oxygen consumption by the brandies is very low compared to that of wines. Oxygen is always present in large quantities in brandies ; the rate of saturation in relation to air, always greater than 50 p. 100, varies in terms of temperature.

Redox potential can also be conveniently measured in the casks with the help of an electrode rod. It varies from 425 to 510 mV and its evolution is parallel to that of dissolved oxygen, at the very least during the first three years of maturation ; for brandies of more than five years, there is no longer a relationship.

RESUMEN

DETERMINACION DEL PORCENTAJE DE OXIGENO DISUELTO Y DEL POTENCIAL OXIDO-REDUCTOR DE LOS AGUARDIENTES DE ARMAGNAC DURANTE EL TRANSCURSO DE SU MADURACION

La dosificación directa del oxígeno disuelto en los aguardientes conservados en toneles puede ser efectuada por medio de analizadores polarográficos. Estos aparatos proporcionan resultados en porcentaje de saturación en relación con el aire y no tienen en cuenta los factores que modifican la solubilidad del oxígeno (temperatura, grado alcohólico, contenido de extracto seco). El consumo de oxígeno por parte de los aguardientes es muy reducido, en comparación con aquél que se ha encontrado para los vinos. El oxígeno se encuentra siempre presente en cantidad importante en los aguardientes. El porcentaje de saturación en relación con el aire, siempre superior a un 50 por ciento, variá en función de la temperatura.

El potencial oxido-reductor puede ser medido también en los toneles de forma muy cómoda por medio de un tubo de electrodos. Este potencial oscila de 425 a 510 mV y su evolución es paralela a la del oxígeno disuelto, por lo menos durante los tres primeros años de maduración, dejando de existir una relación para los aguardientes que tienen más de cinco años de edad.

RIASSUNTO

DETERMINAZIONE DEL TASSO D'OSSIGENO DISCIOLTO E DEL POTENZIALE OSSIDORIDUTTORE DELL' ACQUAVITE D'ARMAGNAC DURANTE LA SUA MATURAZIONE

Gli analizzatori polarografici possono essere utilizzati per dosare direttamente l'ossigeno disciolto nell' acquavite conservata in fusti. Questi apparecchi danno dei risultati in percentuale di saturazione per rapporto all' aria e non tengono conto dei fattori che modificano la solubilità dell' ossigeno (temperatura, grado alcolico, tenore in estratto secco). Il consumo d'ossigeno da parte dell' acquavite à molto debole in confronto a quello rilevato sui vini. L'ossigeno à sempre presente in quantità elevata nell' acquavite ; il tasso di saturazione per rapporto all'aria, sempre superiore a 50 p. 100, varia in funzione della temperatura.

Il potenziale ossidoriduttore puo' essere misurato facilmente anche nei fusti mediante una canna a elettrodi. Esso varia da 425 a 510 mV e la sua evoluzione è parallela a quella dell' ossigeno disciolto, almeno durante i primi tre anni di maturazione ; non vi è più alcuna relazione per l'acquavite di più di cinque anni.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Balanescu G., Sandulescu C., Cristescu V., 1963, 1964. Potentiel oxydo-réducteur de quelques vins et brandies roumains (en roumain). *Lucrarile Inst. Cercetari. Aliment.*, **7**, 375-391.

Bielig H. J., 1966. Ein Beitrag zur Frage der Sauerstoffaufnahme bei der abfullung von Getranken. *Weinberg u. Keller*, **13**, 65-68.

Cabannes J., 1953. Le pH pondéré et ses possibilités. *Chim. anal.*, **35** (2), 28-30.

Cant R. R., 1960. The effect of nitrogen and carbon dioxide treatment of wines on dissolved oxygen level. *Amer. J. Enol. Vitic.*, **11**, 164-169.

Deibner L., 1966. Sur les particularités de mesure du potentiel oxydo-réducteur des jus de raisin et des vins. *Bull. Off. intern. Vigne Vin*, **39**, 312-326.

Deibner L., Mourgues J., 1964. Influence de quelques facteurs sur les résultats des mesures du potentiel oxydo-réducteur des vins. *Ann. Technol. agric.*, **13** (1), 31-43.

Deibner L., Mourgues J., 1966. Sur les caractéristiques des électrodes de platine utilisées pour la mesure du potentiel oxydo-réducteur des jus de raisin et des vins. *Bull. Off. intern. Vigne Vin.*, **39** (425-426), 929-931.

Deibner L., Mourgues J., 1967 *a*. L'uniformisation du traitement chimique ou physique préalable des électrodes de platine destinées à la mesure du potentiel oxydo-réducteur de la vigne, du raisin et de ses dérivés. *Bull. Off. intern. Vigne Vin*, **40** (440), 1041-1045.

Deibner L., Mourgues J., 1967 *b*. Étude des facteurs responsables de la rapidité de réponse et de la sensibilité des électrodes de platine ainsi que de leur influence sur les résultats des mesures du potentiel oxydo-réducteur des systèmes lents, à potentiel limite, tels que les vins et les baies de raisin. *Chim. anal.*, **49** (5), 258-274.

Deibner L., Mourgues J., 1969. Über die Relativität der Messungen des Redoxpotentials in medien biologischer herkunft mit begrenztem Potential wie Moste, Traubensäfte und Weine. *Mitt. Klosterneuburg*, **19**, 289-304.

Djanpoladyan L. M., Khanamiryan Kh. M., Torgomyan J. N., 1971. Cuivre comme catalyseur pendant la distillation du vin et la maturation de l'alcool de type Cognac (en russe). *Vinodel. vinograst.*, **31** (2), 26-29.

Djanpoladyan L. M., Petrosyan Ts. L., 1957. Réactions d'oxydation dans la maturation de l'alcool de type Cognac (en russe). *Biokhim. vinodel.*, **5**, 46-53.

Haeseler G., Misselhorn K., Underberg P. G., 1972. Model experiments for wine distillation with specific consideration of effects of oxygen and wood extract. *Branntweinwirtschaft*, **112** (9), 206-213 ; (10), 229-239 ; (11), 261-270. (in *Chem. Abstr.*, 1972, 124 733 *a*).

Hennig K., Lay A., 1963. Die Bestimmung des im Wein molekular gelosten sauerstoffs mit der Beckman Sauerstoffelektrode, Adapter und Zeromatic. *Weinberg u. Keller.*, **10**, 165-169.

Lafon J.,1971. Problèmes actuels de technologie et de vieillissement des eaux-de-vie de vin et de marc de raisin. *Bull. Off. intern. Vigne Vin*, **44** (482), 337-355.

Laschkhi A. D., 1963. Modification des composants des alcools d'âges différents pendant leur conservation (en russe). *Biokhim. vinodel.*, **7**, 173-188.

Levasseur A., 1949. Sur l'interprétation par la notion de pH pondéré des mesures de pH concernant les milieux pauvres en eau. *C. R. Acad. Sci.*, **228**, 1648-1649.

Lindemann B., 1967. Zur Alterung von Weindestillaten. *Z. Lebensmittel. Unters. u Forsch.*, **136** (1), 10-14.

Lipis B. V., Grinberg N. Kh., Manouilova T. A., 1967. Dosage polarographique de l'oxygène dissous à l'aide des électrodes solides (en russe). *Institut Moldave de recherches scientifiques sur les Industries alimentaires*, **7**, 135.

Manouilova T. A., Lipis B. V., Kolesnitchenko A. J., 1972 *a*. Méthode polarographique de dosage de l'oxygène dissous dans les eaux de vie de type « Cognac ». (en russe). *Sadov. vinograd. vinod. moldav.*, **27** (234), 31-33.

Manouilova T. A., Lipis B. V., Kolesnitchenko A. J., 1972 *b*. Étude de la solubilité de l'oxygène dans les eaux-de-vie de type « Cognac » (en russe). in *Nouvelles méthodes de technologie et de contrôle de la conservation et de la production des vins*. 91-96, Kichinev, Schtüntza.

Ough C. S., Amerine M. A., 1959. Dissolved oxygen determination in wine. *Food Res.*, **24**, 744-748.

Pro M. J., 1952. Report on spectrometric determination of tannin in wines and wiskies. *J. Ass. off. anal. Chem.*, **35**, 255-257.

Rankine B. C., Pocock K. F., 1969. Dissolved oxygen in wine. *Wine, Brewing, Spirit. rev.*, **87** (11), 44-52.

Ribéreau-Gayon J., 1932. *Contribution à l'étude des oxydations et réductions dans les vins*. 31-35, Delmas, Bordeaux.

Schlapfer P., Audikowski T., Bukowiecki A., 1949. Untersuchungen über das maximale Sauerstoffaufnahmevermögen organischer flussigkeiten und die jodometrische Bestimmung des aufgenommenen Sauerstoffes. *Schweizer Arch. Angew. Wiss. Tech.*, **15**, 299-307.

Shpritsman E. M., 1962. Les tanins du bois de chêne et leur transformations durant la maturation des eaux-de-vie de type Cognac. (en russe). *Tr. Moldarsk. Nauchn. Issled. Inst. Pischchevoi Prom.*, **2**, 3-16 (in *Chem. Abst.* 1963, 13 313 *h*).

Skourikhin I. M., 1968. *Chimie de la production des eaux-de-vie de type Cognac.*, 185-187, Pichtch. Prom., Moscou (en russe).

Skourikhin I. M., 1971. Problèmes actuels de technologie et de vieillissement des eaux-de-vie de vin et de marc. *Bull. Off. intern. Vigne et Vin*, **44** (482), 355-359.

Singleton V. L., Rossi J. A. Jr, 1965. Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic phosphotungstic acid reagents. *Amer. J. Enol. Vitic.*, **3**, 144-158.

Sirbiladze A., 1971. *Bases de la technologie des eaux-de-vie de type Cognac*. 46, Pichtch. Prom. (en russe).

Uhlig H. H., 1937. The solubilities of gases and surface tension. *J. Phys. Chem.*, **41**, (9), 1215-1225.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (2), 91-109.

ÉTUDE DE LA PRODUCTION D'ACIDE ACÉTIQUE PAR *A. MESOXYDANS* EN CULTURE CONTINUE EN FONCTION DE LA TENEUR INITIALE EN ÉTHANOL

C. DIVIES
avec la collaboration technique de C. SCHNEIDER

Station de Technologie des Produits végétaux,
Centre de Recherches, I. N. R. A.,
B. V. 1540, 21034 Dijon Cedex

RÉSUMÉ

L'étude en culture continue de la fermentation acétique, réalisée par *Acetobacter mesoxydans*, a été effectuée en fonction de la teneur en éthanol.

La fermentation acétique est une fermentation dans laquelle un des substrats utilisés, c'est-à-dire l'éthanol, et le produit de ce substrat, l'acide acétique, sont des inhibiteurs de la croissance des bactéries aux concentrations où ils sont utilisés. On observe des oscillations dans la population et l'acidité qui sont variables selon le taux de dilution. Lorsque l'éthanol constitue le facteur nutritif limitant, l'acide acétique accumulé est à son tour oxydé dans le cas où l'acide acétique produit n'est pas un inhibiteur de sa propre oxydation.

Dans le cas où l'éthanol ne constitue pas le facteur nutritif limitant, on constate à l'état d'équilibre que la relation $D = a - bP$ est assez bien vérifiée pour les concentrations étudiées. Dans cette relation, D représente le taux de dilution, P la teneur en acide acétique du milieu, a et b, deux constantes qui sont les fonctions exponentielles de la teneur (T) en éthanol et en acide acétique du milieu.

On a constaté que la productivité optimale du fermenteur (P.D) est liée au taux de dilution par une relation du type $D = m \cdot e^{h\,(P.D)}$, m et h représentant deux constantes expérimentales.

Les mesures des rendements de croissance du glucose et de l'éthanol, qui sont les deux substrats carbonés utilisés par les bactéries, ont montré que le glucose est particulièrement bon lorsqu'il est comparé à celui de l'éthanol. Ces rendements varient selon le taux de croissance et la teneur totale du milieu en éthanol et acide acétique.

Mots clés : *acide acétique, glucose, éthanol, fermentation acétique continue, bactéries acétiques.*

INTRODUCTION

Dans une étude précédente de la fermentation acétique (DIVIES, 1970), réalisée par *Acetobacter xylinum*, nous avons constaté, au cours d'un cycle de croissance réalisé sans régulation de pH, que la production d'acide acétique à partir d'éthanol est liée à la croissance des bactéries par une relation du type $\frac{dP}{dt} \times \frac{1}{N} = a\mu + b$, relation dans laquelle P représente la concentration en acide, N la concentration en bactéries, μ le taux de croissance népérien, a et b deux constantes. En culture continue, cette relation devient $\frac{P.D}{N} = aD + b$, où D représente le taux de dilution. Il nous a paru intéressant de compléter cette étude avec une souche différente de bactéries acétiques, *A. mesoxydans*, qui présente l'avantage de former une suspension cellulaire plus homogène qu'*A. xylinum* dans nos colonnes de fermentation, et de mesurer la production d'acide acétique en culture continue en fonction de la teneur initiale en éthanol et du taux de dilution D.

MATÉRIEL ET MÉTHODES

Cette étude est réalisée avec une souche d'*Acetobacter mesoxydans* isolée dans le fermenteur d'une vinaigrerie et identifiée selon la classification proposée par FRATEUR (1950). La conservation de la souche, les conditions de culture et les dosages effectués sont décrits dans un mémoire précédent (DIVIES, 1970). Dans nos conditions expérimentales, selon la teneur en acide acétique du milieu, le pH varie de 3,15 à 2,65.

Pour l'alimentation des colonnes de fermentation, nous avons utilisé une pompe à galets à voies multiples (Ismatec). Les différents débits sont obtenus par des tubes calibrés en chlorure de polyvinyle (Technicon). Nous avons observé que les débits peuvent varier, sur une période de fonctionnement de 100 heures, d'une amplitude de 6 p. 100.

Pour un taux de dilution déterminé, lorsqu'on fait varier la concentration en éthanol dans le milieu d'alimentation, il y a une quantité plus ou moins importante, selon sa concentration initiale, qui sera évaporée. Cette valeur ne peut être connue avec précision, on ne peut donc pas calculer avec précision le rendement de transformation de l'éthanol en acide acétique.

RÉSULTATS

Nous savons que pour réaliser une fermentation en continu il faut que le coefficient de dilution D soit inférieur ou égal au taux de croissance népérien du mi-cro-organisme ; si cette condition est réalisée, il s'établit un équilibre. La population microbienne augmente jusqu'à ce qu'un facteur limitant arrête son développement.

La fermentation acétique est une fermentation dans laquelle un des substrats, c'est-à-dire l'éthanol, et le produit de ce substrat, l'acide acétique, sont des inhibiteurs de la croissance des bactéries aux concentrations où ils sont utilisés. Nous ver-

rons qu'il faut tenir compte de ces remarques pour expliquer les résultats obtenus. D'autre part, nous avons déjà montré avec une autre souche de bactéries acétiques (DIVIES et DUPUY, 1969; DIVIES, 1972) qu'au cours de la culture avec l'éthanol comme substrat carboné on observe deux phases dans la croissance, une première phase d'oxydation de l'éthanol et accumulation d'acide acétique, et une seconde phase d'oxydation de l'acide acétique accumulé.

La souche que nous utilisons pour cette étude demande pour son développement dans les conditions de la fermentation acétique deux substrats carbonés, l'éthanol et le glucose. Mais si l'on considère l'éthanol, le glucose étant fourni en excès, on retrouve les deux phases dans la croissance comme pour *Acetobacter rancens*.

Dans l'analyse des différents états d'équilibre obtenus en fonction du taux de dilution, nous devons tenir compte de ce phénomène.

1. — *Cas où l'éthanol représente le facteur nutritif limitant*

Lorsque l'éthanol constitue l'élément nutritif limitant, on doit observer un état d'équilibre pour lequel on ne retrouve plus d'éthanol dans le milieu de culture ; celui-ci est consommé au fur et à mesure qu'il est introduit dans le fermenteur.

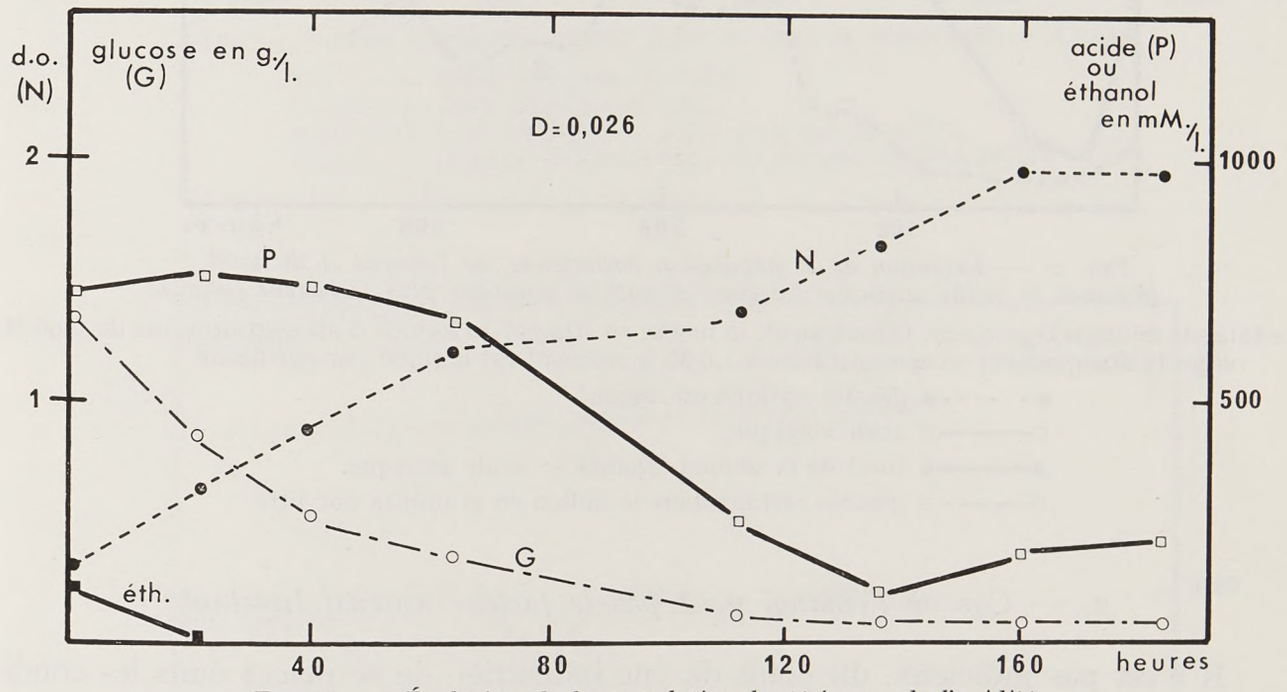


FIG. 1. — *Évolution de la population bactérienne, de l'acidité, de la teneur en éthanol et en glucose, lorsque l'éthanol constitue le substrat limitant*

Le taux de dilution D = 0,026, la teneur en éthanol du liquide d'alimentation est de 0,96 M.

●- - - - - -● densité optique du milieu, □———□ acide acétique,
■———■ éthanol, ○— - —-○ glucose.

Ainsi (fig. 1) pour un taux de dilution D = 0,026, avec une solution nutritive ayant une teneur en éthanol de 0,960 M/l, on constate qu'il n'y a pas une quantité correspondante d'acide acétique accumulé. L'acide acétique produit est à son tour oxydé lorsque l'éthanol a disparu du milieu de culture.

Dans une autre expérience, représentée figure 2, lorsque l'éthanol est à nouveau fourni en excès, on constate que les cellules accumulent à nouveau l'acétate. Quatre-vingt-deux heures après le changement de concentration en éthanol du milieu d'ali-

mentation, l'équilibre est atteint. Cette valeur de quatre-vingt-deux heures correspond au temps calculé d'après l'équation $\log \frac{T}{T_i} = \frac{Dt}{2,3}$, équation dans laquelle T représente la concentration du total éthanol plus acétate au temps t, T_i la concentration au temps initial, D le coefficient de dilution.

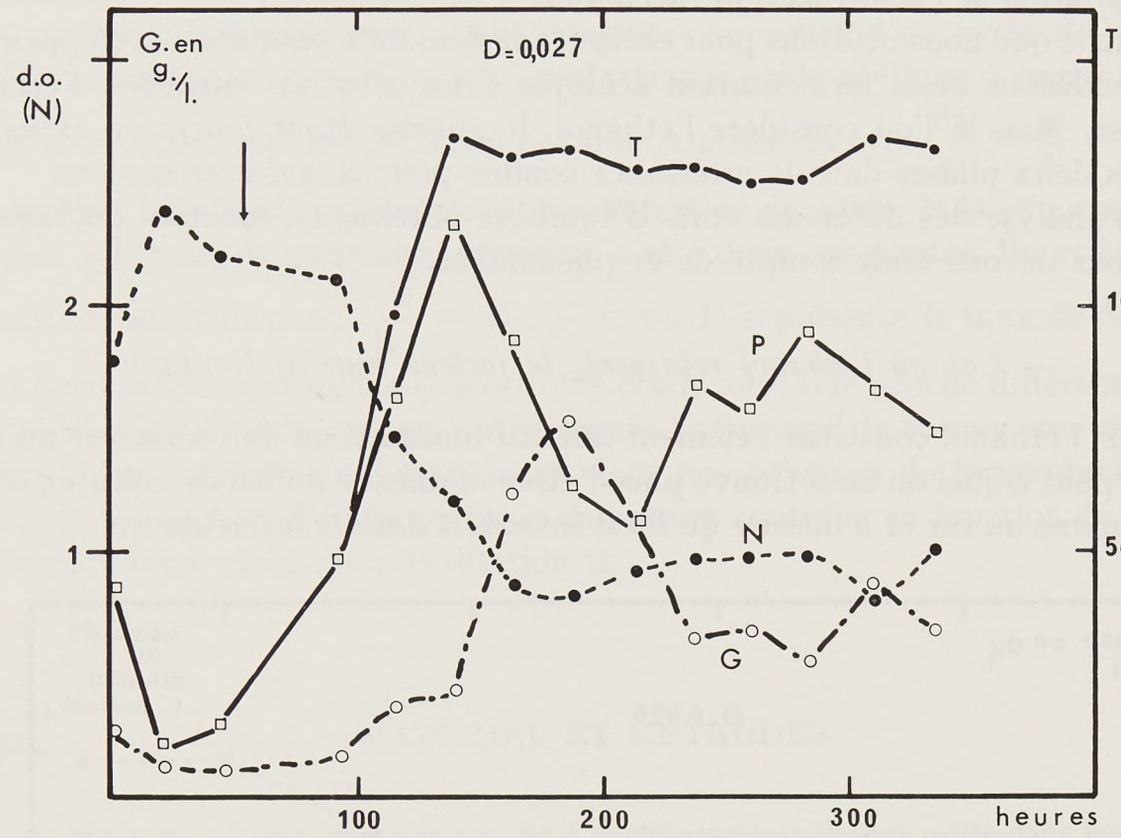


FIG. 2. — *Évolution de la population bactérienne, de l'acidité et du total T* (éthanol + acide acétique) *lorsque l'éthanol ne constitue plus le facteur limitant*

Le taux de dilution D = 0,027. Initialement, la teneur en éthanol du liquide d'alimentation est de 0,96 M, on porte brusquement sa concentration à 1,6 M, le moment est indiqué par une flèche.

●- - - - - - ● densité optique du milieu,
□———□ acide acétique,
●———● total de la somme éthanol + acide acétique,
○ — — - ○ glucose restant dans le milieu en grammes par litre.

2. — *Cas où l'éthanol n'est pas le facteur nutritif limitant*

Il n'est pas judicieux, du point de vue industriel, de se placer dans les conditions où l'éthanol constitue le facteur nutritif limitant pour optimaliser la production d'acide acétique. Dans ces conditions, on observe une faible vitesse de transformation de l'éthanol et de plus il peut se produire l'oxydation de l'acétate.

Nous rapportons donc, dans cette partie, les résultats obtenus dans le cas où l'éthanol n'est pas limitant.

Lorsque l'éthanol est fourni en excès, nous avons constaté, pour un taux de dilution donné, qu'en augmentant la teneur en glucose ou en extrait de levures du liquide d'alimentation, il n'y a pas augmentation de la quantité d'acétate accumulé, si bien que, dans nos conditions de culture, le premier facteur limitant lorsque l'éthanol est fourni en excès est représenté par l'acétate.

Nous représentons, figures 3, 4, 5 et 6, les différents types « d'états d'équilibre » que nous avons pu observer.

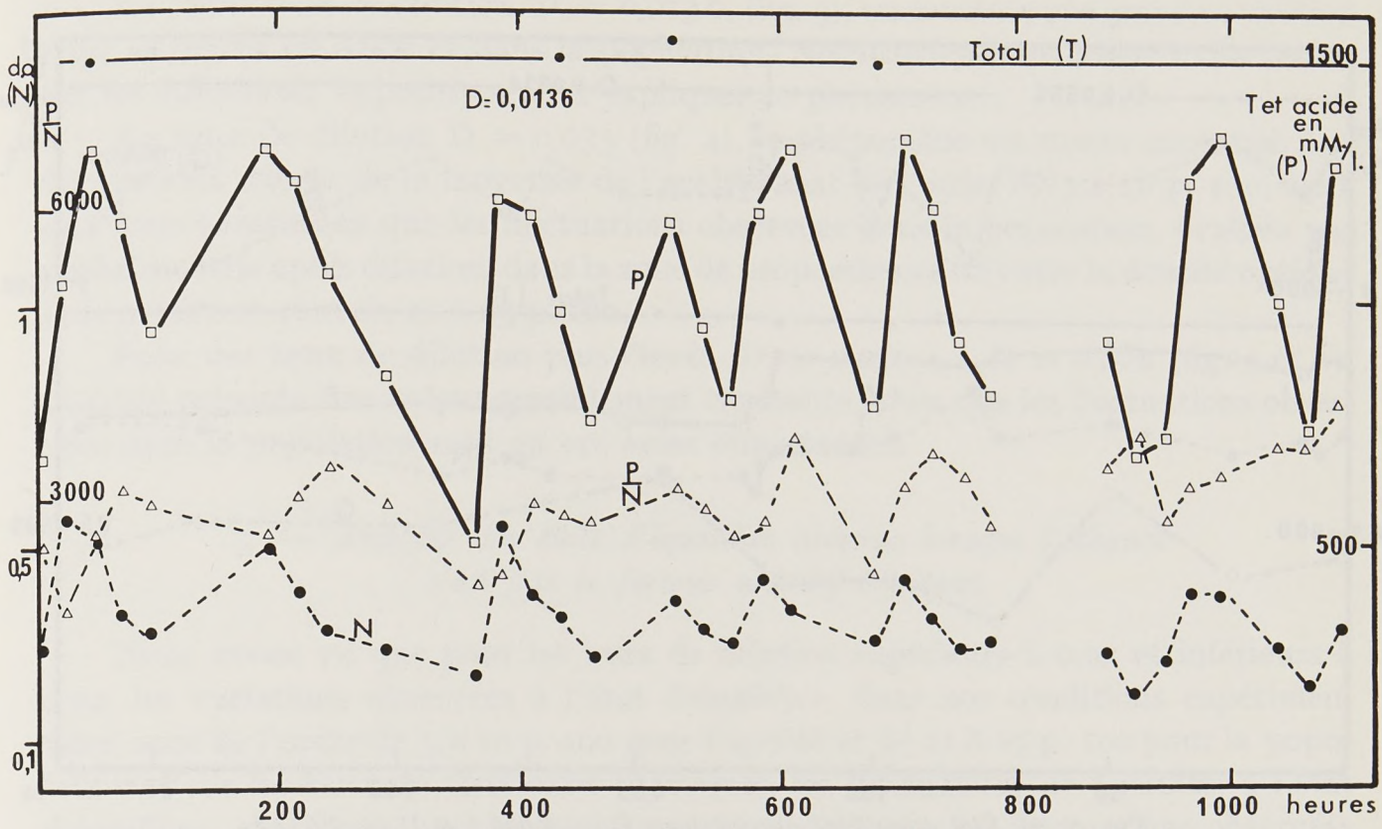


FIG. 3. — *État d'équilibre observé pour un taux de dilution D = 0,013 6*

●- - - - - - ● densité optique du milieu,
□——— □ acide acétique en mM/l,
●——— ● total (éthanol + acide acétique) en mM/l,
△——— △ rapport acide acétique sur densité optique (P/N).

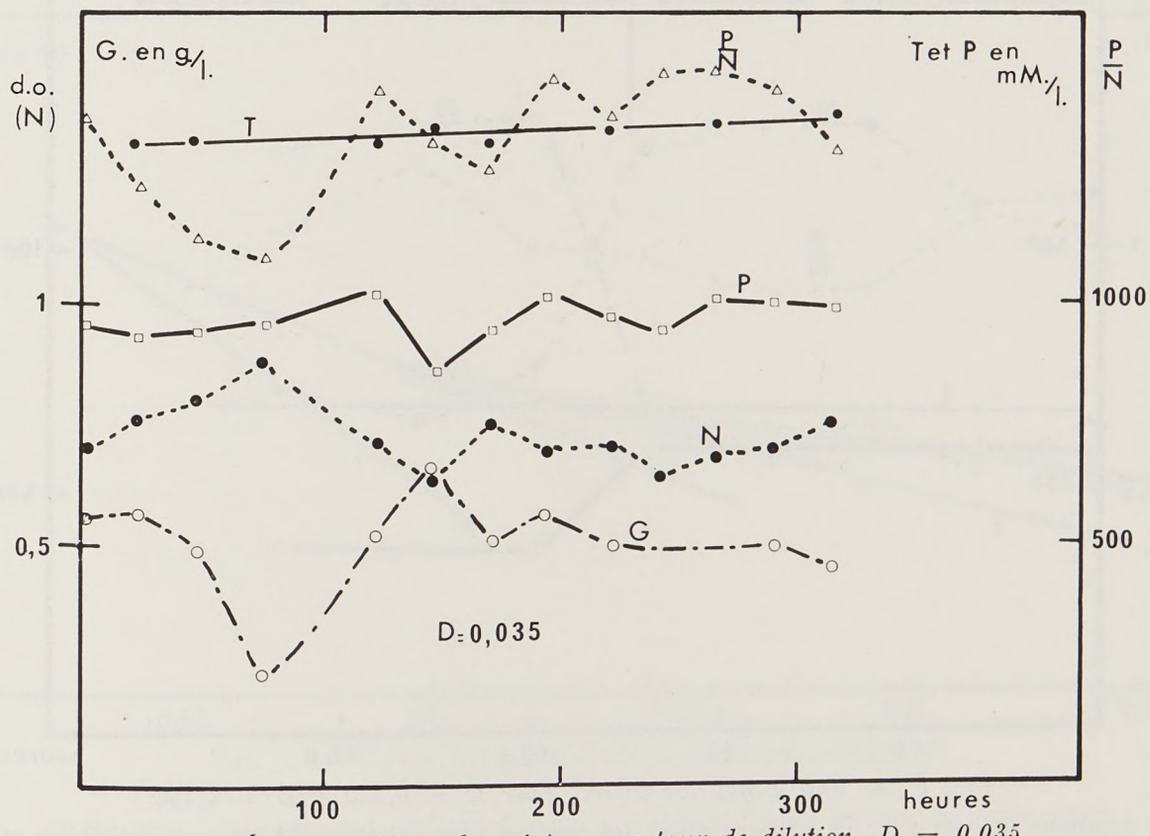


FIG. 4. — *État d'équilibre observé pour un taux de dilution D = 0,035*

○— - —○ glucose restant dans le milieu en g/l
Les autres symboles sont identiques à ceux de la figure 3

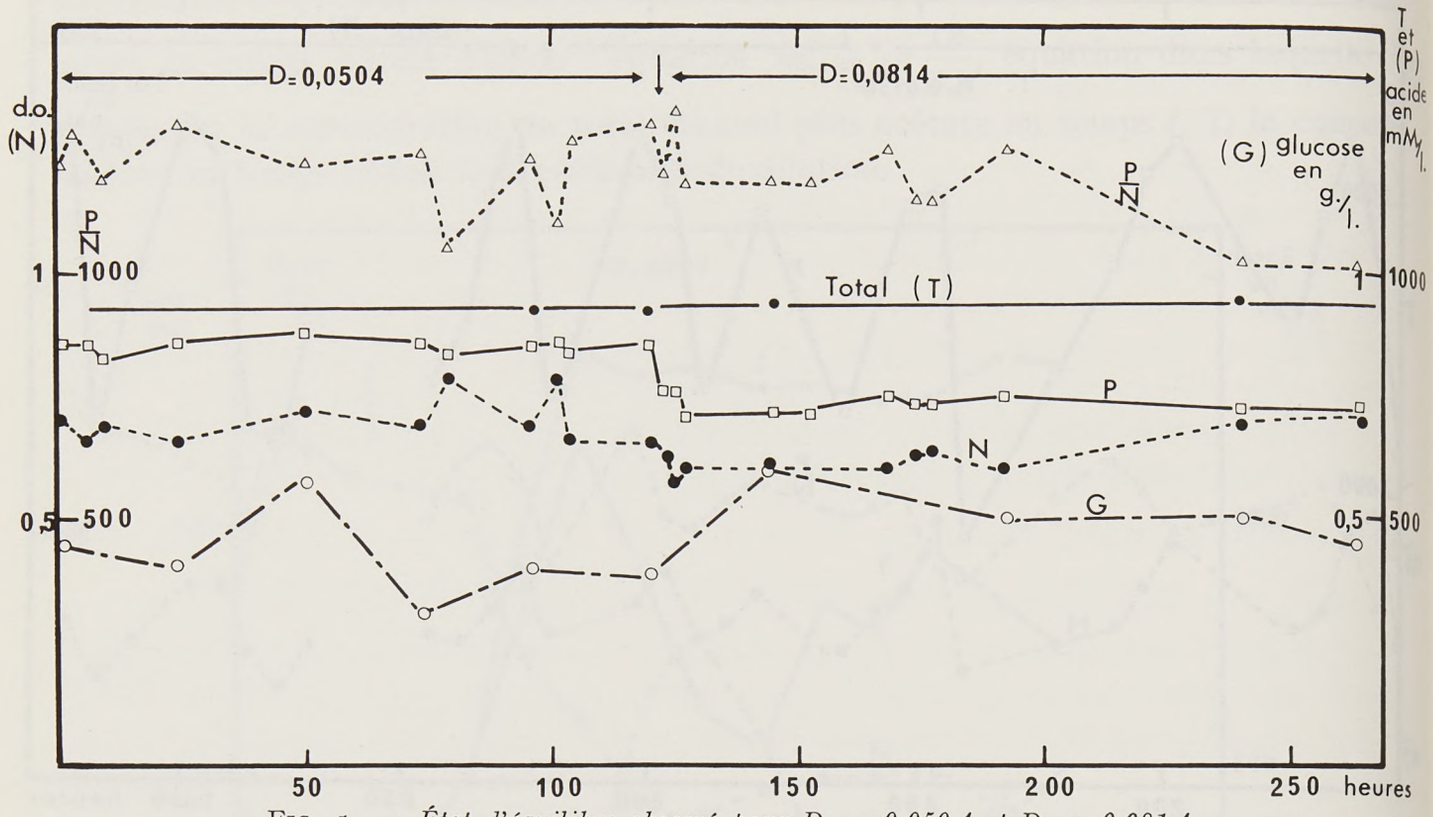


FIG. 5. — *État d'équilibre observé pour D = 0,050 4 et D = 0,081 4*

Les symboles utilisés pour la représentation des courbes sont identiques à ceux utilisés fig. 3 et 4.

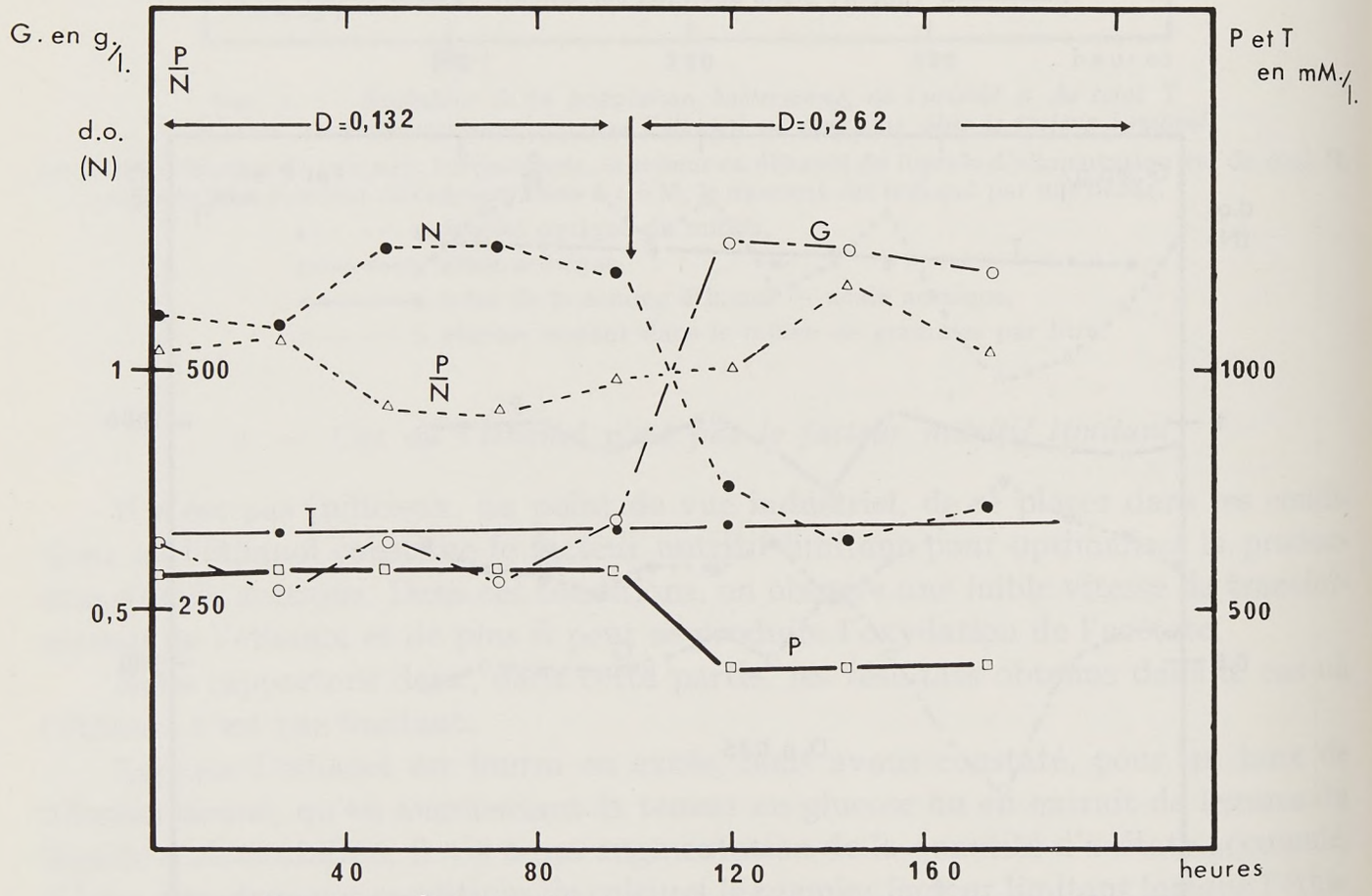


FIG. 6. — *État d'équilibre observé pour D = 0,132 et D = 0,262*

Les symboles utilisés pour la représentation des courbes sont identiques à ceux utilisés fig. 3 et 4.

Au faible taux de dilution, D = 0,013 6, (fig. 3), on constate une grande variation dans la teneur en acide et dans la population. Nous reviendrons dans la discussion sur les différentes hypothèses pour expliquer ce phénomène.

Au taux de dilution D = 0,035 (fig. 4), le phénomène est moins accentué. Les fluctuations autour de la moyenne de l'acidité sont de l'ordre de 5 à 10 p. 100, alors que nous constatons que les fluctuations observées dans la population, évaluée par néphélométrie après dilution, dans la zone de proportionnalité entre la densité optique et le poids sec, sont de 11 à 25 p. 100.

Pour des taux de dilution plus élevés, D = 0,050 4 à D = 0,262 (fig. 5 et 6), l'acidité présente une valeur sensiblement constante, alors que les fluctuations observées dans la population sont encore assez importantes.

3. — *Analyse des états d'équilibre obtenus lorsque l'éthanol n'est pas le facteur nutritif limitant*

Nous avons vu que pour les taux de dilution supérieurs à 0,02 et inférieurs à 0,04, les variations observées à l'état d'équilibre, dans nos conditions expérimentales, sont de l'ordre de 5 à 10 p. 100 pour l'acidité et de 11 à 25 p. 100 pour la population. Pour les taux de croissance supérieurs, les fluctuations de l'acidité, à l'état d'équilibre, sont beaucoup moins importantes alors que les fluctuations observées dans la population sont encore assez fortes (fig. 5 et 6). Nous avons retenu pour notre analyse les résultats obtenus lorsque le taux de dilution D > 0,02.

Afin d'exploiter nos résultats, nous avons choisi de mesurer un « état d'équilibre » sur une période de cent heures et de le caractériser par la moyenne des déterminations effectuées.

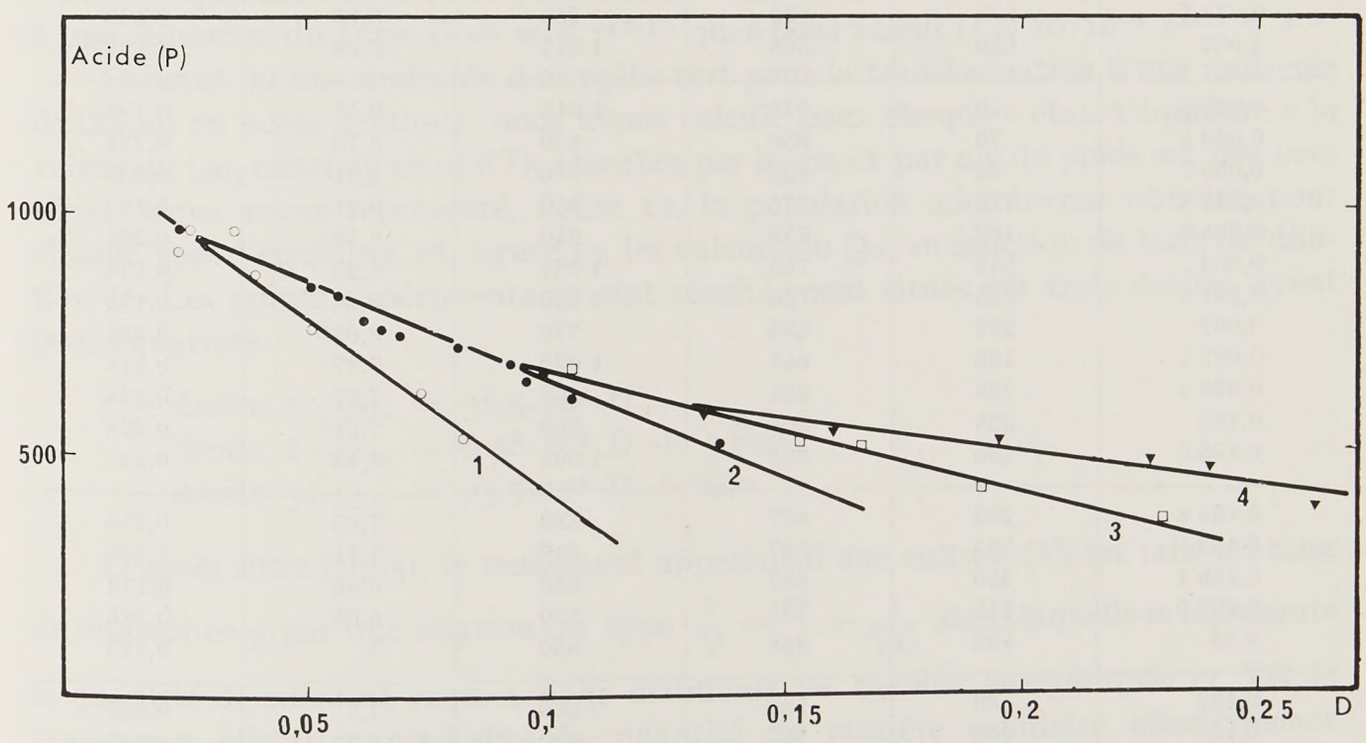


FIG. 7. — *Valeur à l'état d'équilibre de l'acide acétique P en fonction du taux de dilution D et du total T* (éthanol + acide acétique)

droite n° 1 ○——○ 1 350 ⩽ T ⩽ 1 215 mM/l ; Total moyen = 1 288 mM/l
droite n° 2 ●——● 1 070 ⩽ T ⩽ 910 mM/l ; Total moyen = 975 mM/l
droite n° 3 □——□ 880 ⩽ T ⩽ 819 mM/l ; Total moyen = 849 mM/l
droite n° 4 ▲——▲ 690 ⩽ T ⩽ 640 mM/l ; Total moyen = 660 mM/l

Nous avons porté dans le tableau I le résultat de ces déterminations. Nous avons classé les résultats en quatre catégories, selon le total de la teneur du milieu en éthanol et en acide acétique : total de 1 350 à 1 215 mM/l ; 1 070 à 910 mM/l ; 880 à 819 mM/l et 690 à 640 mM/l.

Nous avons représenté figure 7 la valeur du taux de dilution D.

Pour les quatre catégories de points choisis, l'acidité est reliée à la dilution par une relation sensiblement linéaire et de la forme $D = a - bP$, a et b étant deux constantes prenant différentes valeurs, selon le total T (alcool plus acide acétique).

TABLEAU I

Valeurs moyennes des déterminations effectuées pour les différents états d'équilibre lorsque l'éthanol ne constitue pas l'élément nutritif limitant

Les résultats sont classés en quatre catégories, selon la teneur totale T du milieu en éthanol et en acide acétique : $1\,350 \leqslant T \leqslant 1\,215$, $1\,070 \leqslant T \leqslant 910$, $880 \leqslant T \leqslant 819$, $690 \leqslant T \leqslant 640$. T est exprimé en mM/l.

D Taux de dilution	Teneur en éthanol en mM/l	Teneur en acide acétique en mM/l (P)	Total éthanol + acide acétique en mM/l (T)	Glucose consommé en mM/l	Population en g/l (poids sec)
0,023 5	432	818	1 350		0,22
0,026 5	274	956	1 230	8,72	0,199
0,035	389	961	1 350	8,27	0,223
0,039 5	386	870	1 256		0,251
0,051 5	545	755	1 300		0,210
0,073 5	620	630	1 250	8,08	0,198
0,082	650	565	1 215	7,88	0,182
0,023 8	40	975	1 015	9,41	0,195
0,050 4	70	850	920	8,76	0,231
0,055 7	72	838	910	8,91	0,204
0,061 8	175	775	950	8,01	0,192
0,064 9	182	758	940	8,16	0,204
0,069	342	745	1 087	8,23	0,198
0,081 4	225	725	950	8,26	0,192
0,092	282	688	970	8,038	0,251
0,095 4	426	644	1 070	7,87	0,243
0,099 4	298	664	962	7,67	0,234
0,105	324	606	930	7,61	0,228
0,136 5	495	505	1 000	6,13	0,22
0,105 8	203	677	880	7,85	0,248
0,153	302	517	819	7,11	0,261
0,166 1	350	507	850	6,96	0,279
0,192 5	415	435	850	6,05	0,286
0,23	492	358	850	5	0,223
0,132	80	580	660	7,7	0,365
0,16	143	547	690	5,77	0,297
0,195 9	131	529	660	6,94	0,331
0,227	161	479	640	5,82	0,294
0,24	183	457	640	6,27	0,287
0,262	290	380	670	4,24	0,217

Les équations calculées graphiquement ont pour valeur :

Total moyen = 1 288 mM/l	D = 0,158 — $1{,}3 \cdot 10^{-4}$P
Total moyen = 975 mM/l	D = 0,26 — $2{,}45 \cdot 10^{-4}$P
Total moyen = 849 mM/l	D = 0,357 — $3{,}84 \cdot 10^{-4}$P
Total moyen = 660 mM/l	D = 0,557 — $7{,}14 \cdot 10^{-4}$P

Sur la figure 8, nous avons porté la valeur des coefficients a et b de la famille de droites $D = a - bP$. Nous constatons qu'en fonction du total T, représentant la somme de la quantité d'acétate et de la quantité d'éthanol pour l'intervalle choisi, a et b peuvent s'exprimer sous la forme $a = a_0\ e^{-k_1 T}$ et $b = b_0\ e^{-k_2 T}$. L'équation générale de la famille de droites en fonction du total T et de la teneur en acide est donc

$$D = a_0\ e^{-k_1 T} - P\ b_0\ e^{-k_2 T},$$

ou encore en remplaçant les constantes par leurs valeurs

$$D = 2 . e^{-2{,}04 \cdot 10^{-3} T} - P.\ 3{,}5 \cdot 10^{-3} . e^{-25{,}8 \cdot 10^{-3} T}$$

Considérons les points de la figure 7, pour lesquels on observe l'acidité maximale à un taux de croissance donné ; on constate (fig. 9) que ces points entre D = 0,035 et D = 0,26 répondent à une équation du type $D = e^{-kP}$; le calcul graphique donne $D = 1{,}27\ e^{-3{,}86 \cdot 10^{-3} P}$.

En culture continue, le produit P.D représente la productivité du fermenteur considéré, c'est-à-dire la quantité d'acide acétique produite par litre et par heure. Nous avons représenté, figure 10, la productivité des fermenteurs aux différents « états d'équilibre » obtenus. Les points situés sur la courbe enveloppe E représentent les « états d'équilibre » avant une productivité maximale. Ces points répondent (fig. 11) à une équation du type $D = m\ e.^{h(P \cdot D)}$ qui a pour valeur $D = 16 \cdot 10^{-3}\ e^{25{,}5 \cdot 10^{-3} P \cdot D}$.

Sachant qu'une molécule d'oxygène sert pour la transformation d'une molécule d'éthanol en acide acétique, nous avons calculé pour chaque « état d'équilibre » la valeur du Q_{O_2} exprimé en µl d'O_2 absorbés par heure et par mg du poids sec des bactéries. Nous avons représenté, figure 12, la population microbienne obtenue pour chaque état d'équilibre, et, figure 13, les valeurs du Q_{O_2} en fonction du taux de dilution D. Les points expérimentaux sont sensiblement situés sur trois droites ayant pour équations :

droite 1 : $Q_{O_2} = 38{,}5 \cdot 10^3\ D$;
droite 2 : $Q_{O_2} = 8{,}58 \cdot 10^3\ D + 5\,800$;
droite 3 : $Q_{O_2} = 73{,}5 \cdot 10^3\ D + 800$.

D'après Pirt (1965), le rendement apparent d'une culture (Y) est relié au taux de croissance µ par une relation du type $\frac{1}{Y} = \frac{m}{\mu} + \frac{1}{YG}$, dans laquelle m représente la quantité de substrat requise pour maintenir les besoins énergétiques et YG le rendement effectif, c'est-à-dire la quantité de matière cellulaire effectivement synthétisée à partir du substrat. En culture continue à l'état d'équilibre, $\mu = D$, d'où

$$\frac{1}{Y} = \frac{m}{D} + \frac{1}{YG}.$$

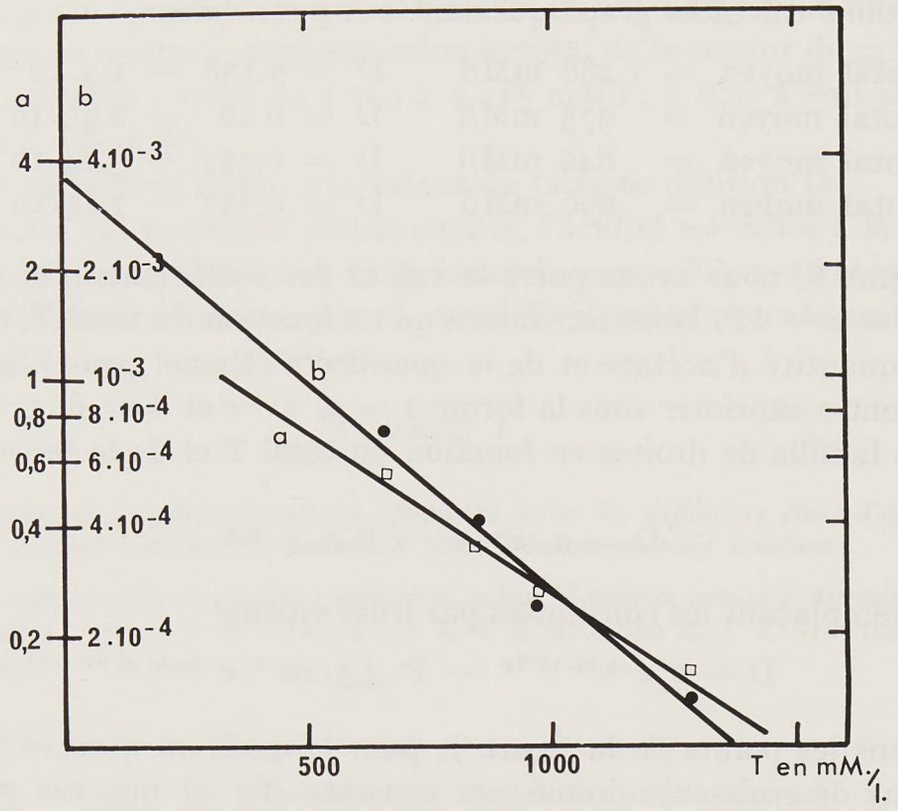


FIG. 8. — *Valeur des coefficients a et b en fonction du total T* (éthanol + acide acétique)
Les coefficients *a* et *b* sont les coefficients des quatre droites de la figure 7 ayant pour équation générale D = *a*—*b* P

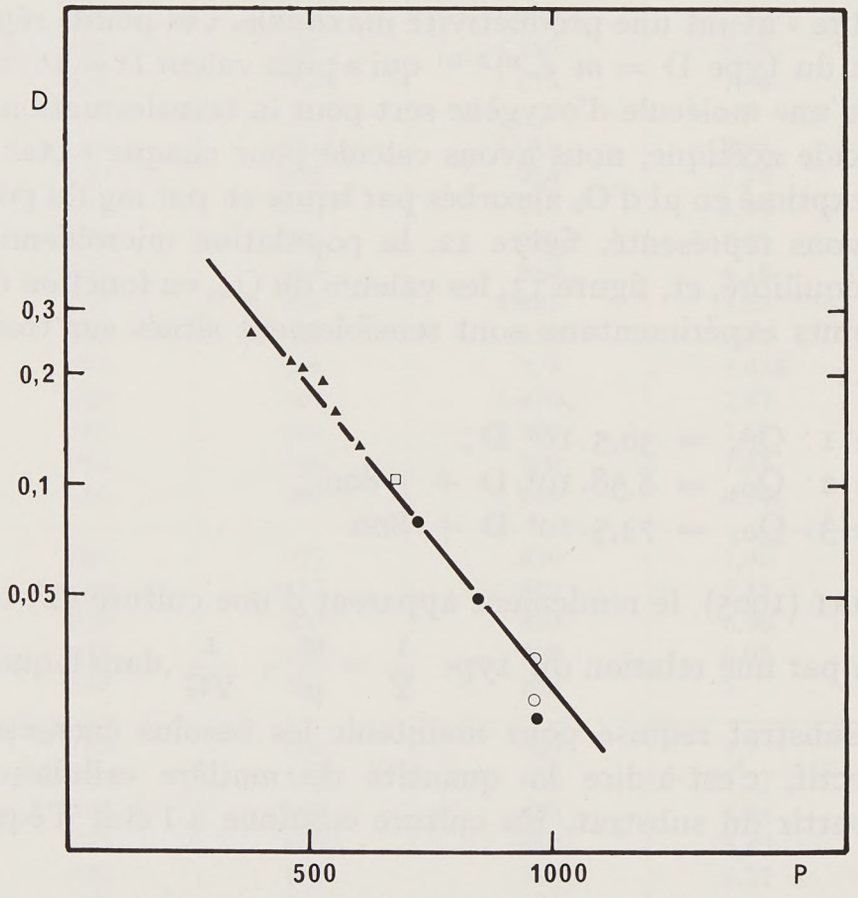


FIG. 9. — *Représentation de l'acidité maximale obtenue* (fig. 7) *en fonction du taux de dilution D*
Les symboles sont identiques à ceux de la figure 7

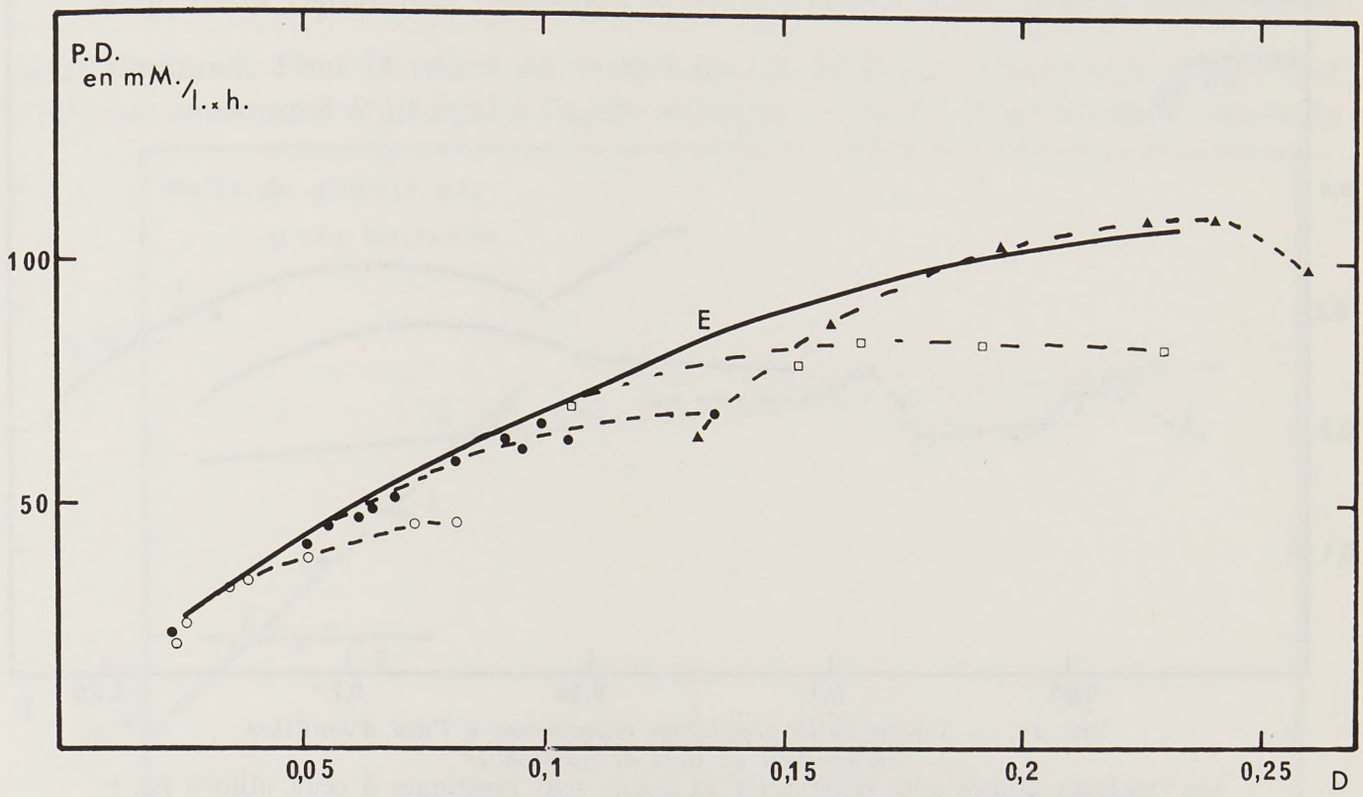


FIG. 10. — *Représentation de la productivité* (P.D) *des fermenteurs en fonction du taux de dilution D et du total T* (alcool + acide acétique)

Les symboles utilisés pour différencier les points sont identiques à ceux de la figure 7. Les points situés sur la courbe E représentent ceux correspondant à la productivité maximale

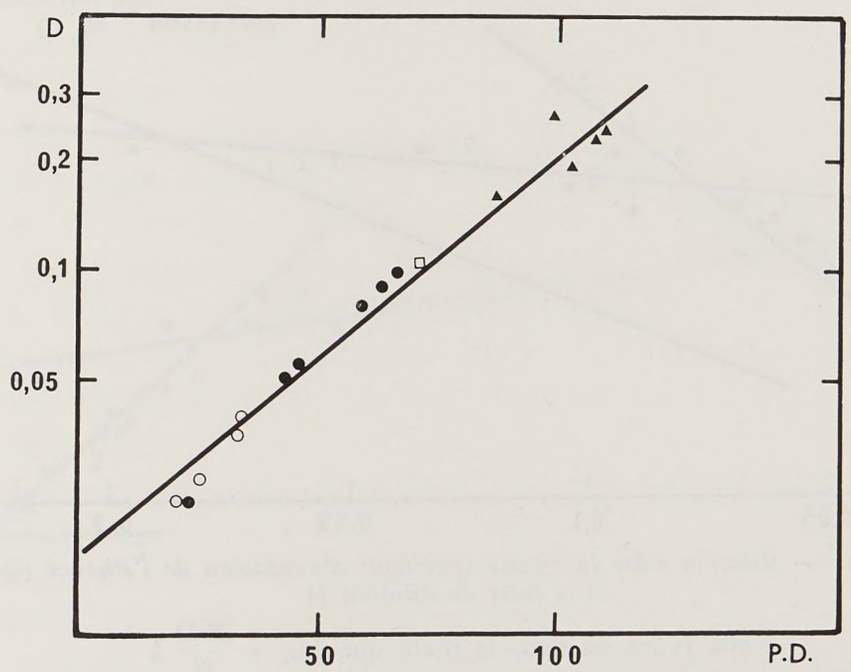


FIG. 11. — *Représentation en échelle semi-logarithmique des points correspondant à la productivité* (P.D) *maximale en fonction du taux de dilution D*

Les explications sont identiques à celles de la figure 10

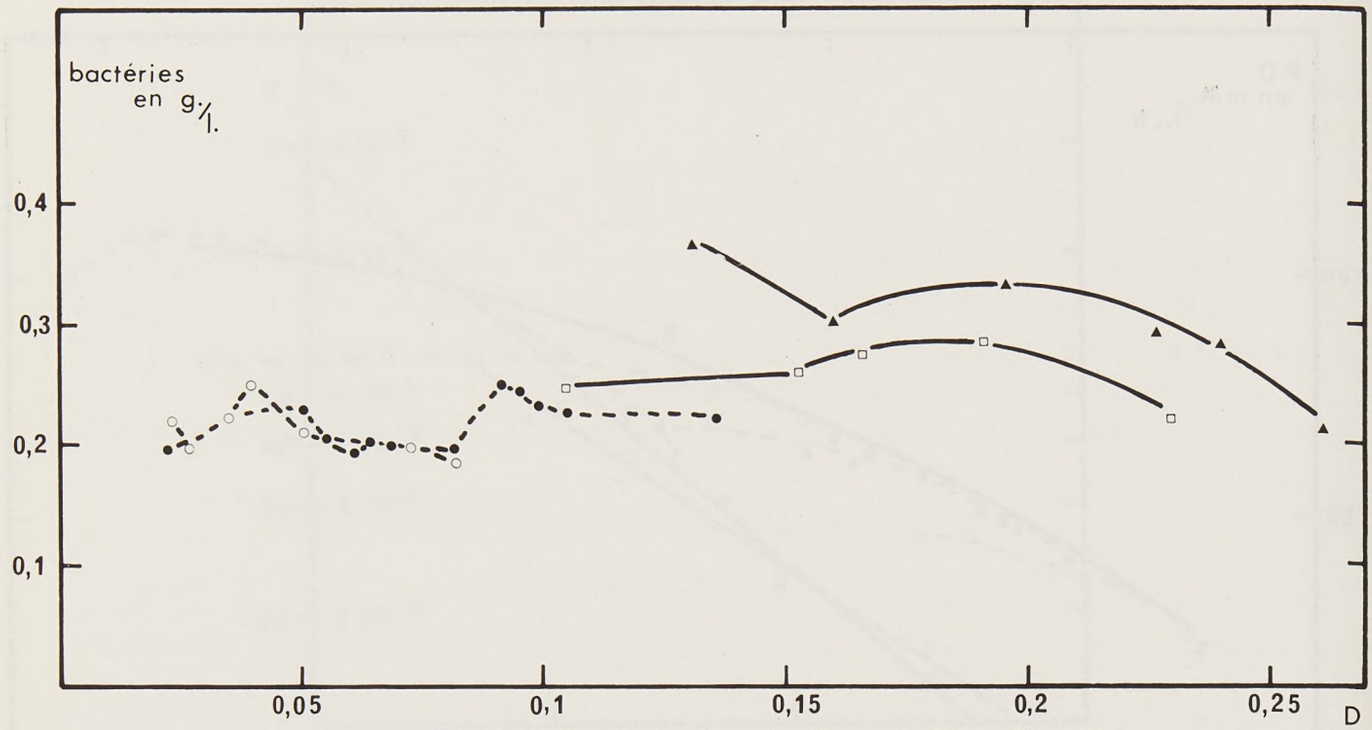


FIG. 12. — *Valeur de la population microbienne à l'état d'équilibre en fonction du taux de dilution D*
Les symboles utilisés pour différencier les points sont identiques à ceux utilisés fig. 7

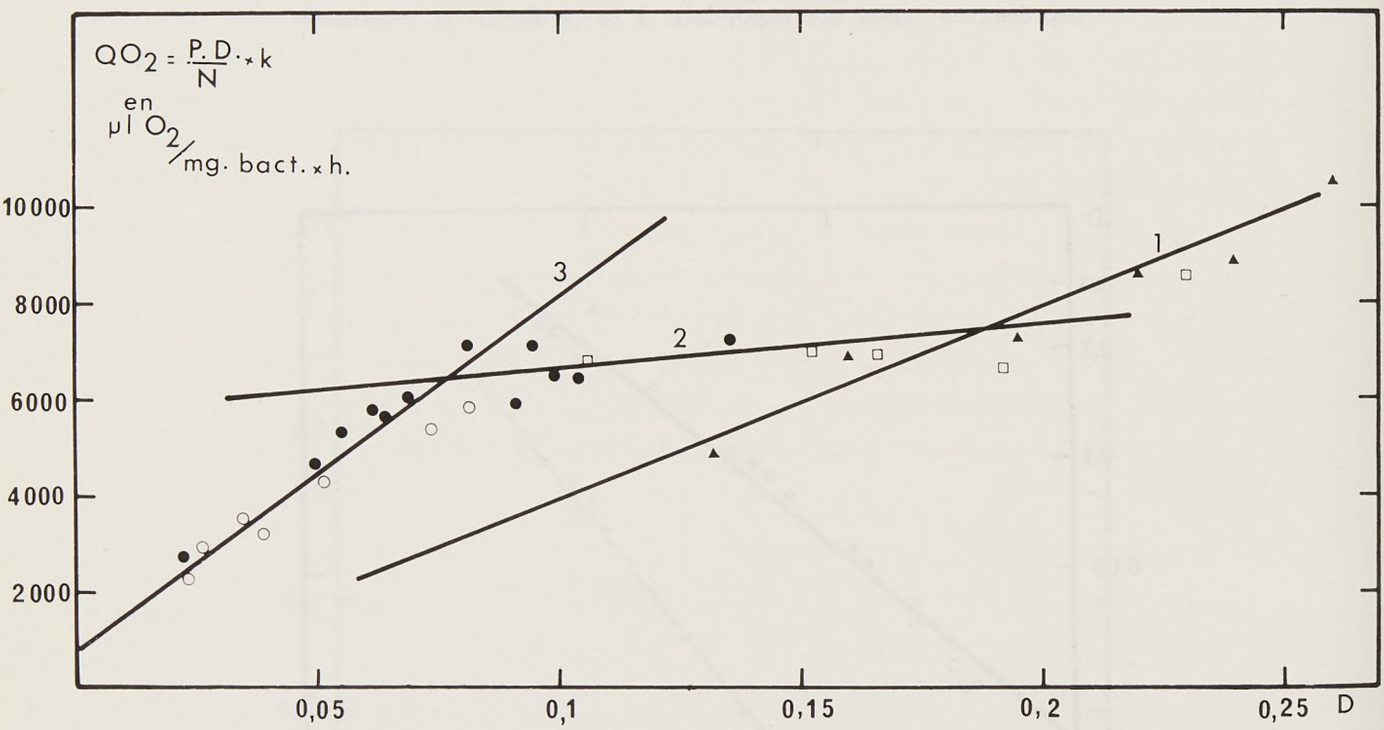


FIG. 13. — *Relation entre la vitesse spécifique d'oxydation de l'éthanol* (Q_{O_2}) *et le taux de dilution D*

Nous avons vu dans le texte que $Q_{O_2} = \frac{P \cdot D}{N} k$

Droite n° 1 $Q_{O_2} = 38{,}5.10^3 D$
Droite n° 2 $Q_{O_2} = 8{,}58.10^3 D + 5\,800$
Droite n° 3 $Q_{O_2} = 73{,}5.10^3 D + 800$

Les symboles utilisés pour différencier les points sont identiques à ceux utilisés fig. 7

Nous avons représenté, figures 14 et 15, $\frac{I}{Y}$ en fonction de $\frac{I}{D}$ pour le glucose et pour l'éthanol. Pour le calcul du rendement de l'éthanol, nous avons estimé que l'éthanol consommé était égal à l'acide acétique accumulé. Pour les deux substrats

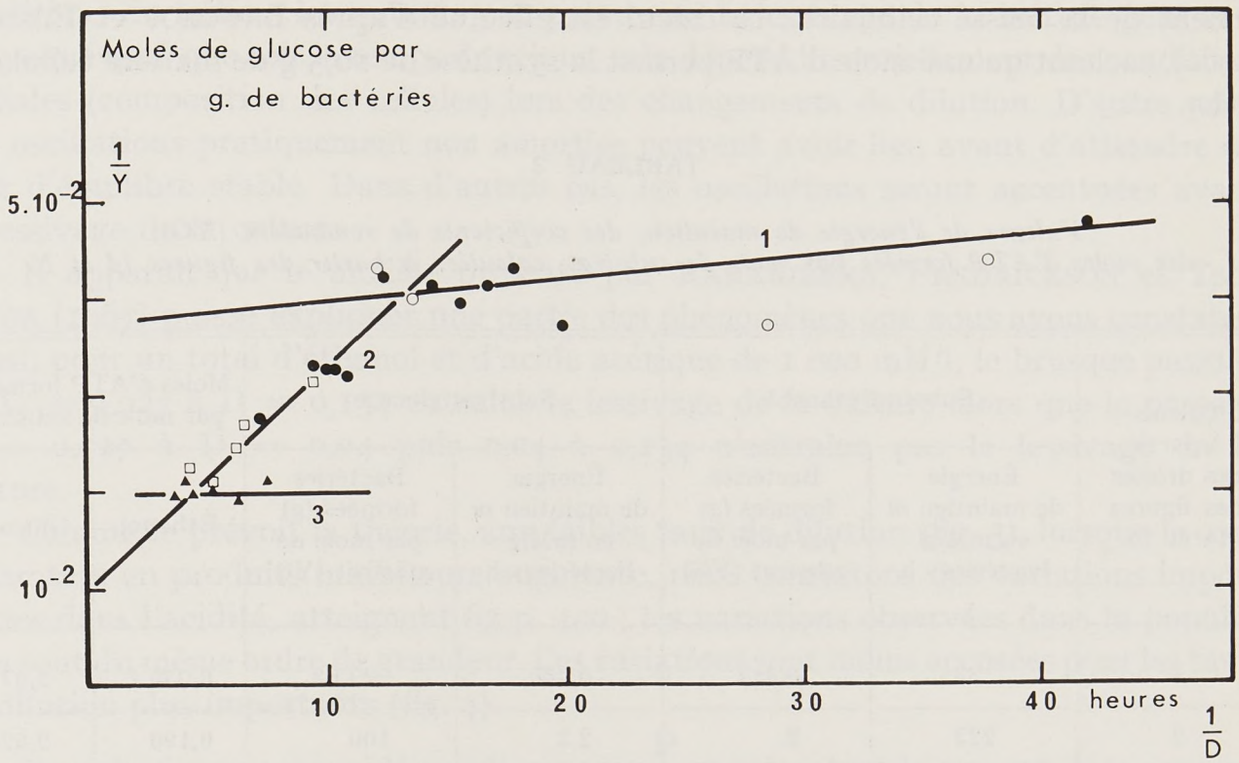


FIG. 14. — *Relation entre l'inverse du rendement apparent* (Y) *exprimé en grammes de cellules formées par mole de substrat oxydé et l'inverse du taux de dilution D*

Substrat étudié : le glucose

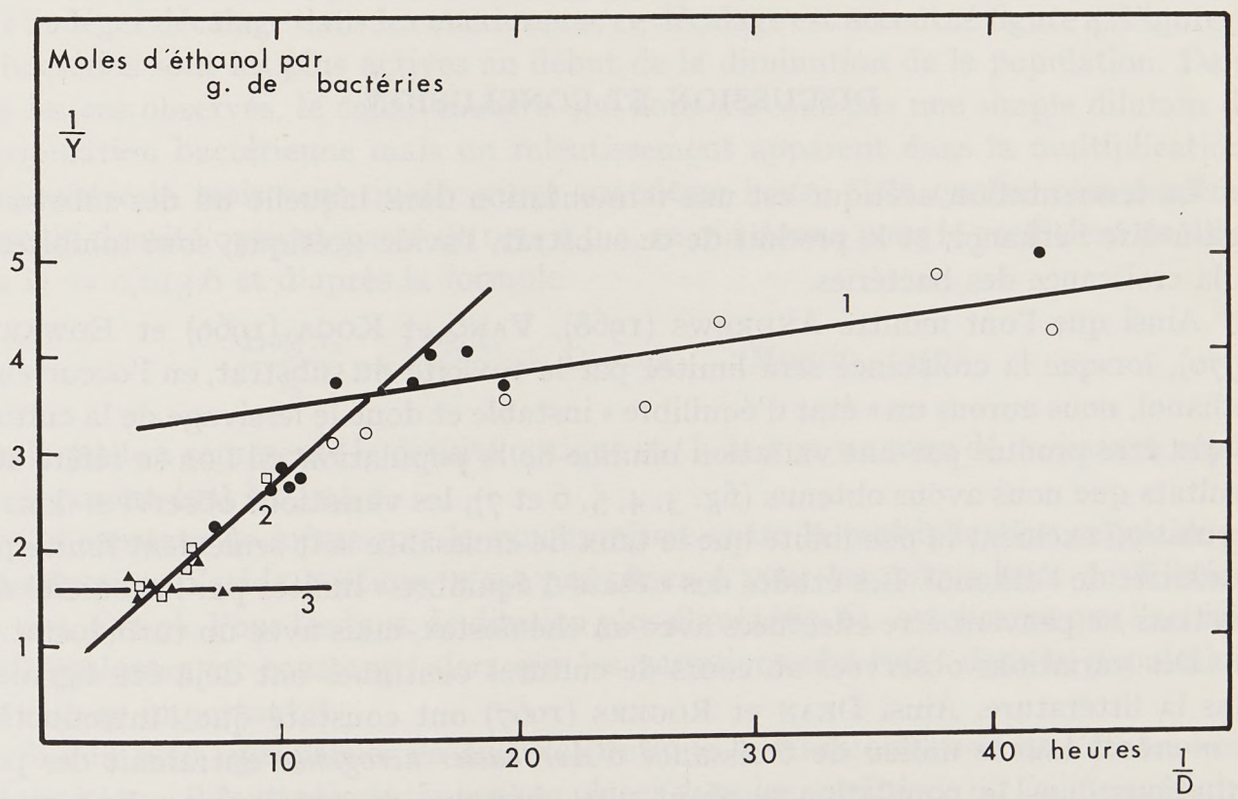


FIG. 15. — *Relation entre l'inverse du rendement apparent* (Y) *exprimé en grammes de cellules formées par mole de substrat oxydé et l'inverse du taux de dilution D*

Substrat étudié : l'éthanol

Les symboles utilisés pour différencier les points sont identiques à ceux de la figure 7

glucose et éthanol, on constate que les points sont sensiblement alignés autour de trois droites, selon la teneur en éthanol et en acide acétique et selon le taux de dilution D. Nous avons porté, tableau 2, la valeur des coefficients calculés, ainsi que le nombre de molécules d'ATP formées par molécule de substrat ayant servi à l'accroissement de la masse cellulaire ; ce calcul est effectué d'après BAUCHOP et ELSDEN (1960), sachant qu'une mole d'ATP permet la synthèse de 10,5 g de matière cellulaire sèche.

TABLEAU 2

Valeurs de l'énergie de maintien, des coefficients de rendement (YG), *des moles d'ATP formées par mole de substrat, calculées à partir des figures 14 et 15*

Calculs à partir des droites des figures 14 et 15	Substrat éthanol		Substrat glucose		Moles d'ATP formées par mole de substrat	
	Énergie de maintien *m* en mM/g bactéries × h	Bactéries formées (g) par mole de substrat (YG)	Énergie de maintien *m* en mM/g bactéries × h	Bactéries formées (g) par mole de substrat (YG)	Éthanol	Glucose
1	33	0,317	0,250	27,02	0,030 1	2,57
2	222	2	2,3	100	0,190	9,52
3	0	0,625	0	50	0,059 5	4,76

DISCUSSION ET CONCLUSION

La fermentation acétique est une fermentation dans laquelle un des substrats, c'est-à-dire l'éthanol, et le produit de ce substrat, l'acide acétique, sont inhibiteurs de la croissance des bactéries.

Ainsi que l'ont montré ANDREWS (1968), YANO et KOGA (1969) et EDWARDS (1970), lorsque la croissance sera limitée par la toxicité du substrat, en l'occurrence l'éthanol, nous aurons un « état d'équilibre » instable et donc le lessivage de la culture pourra être produit par une variation minime de la population. Si l'on se réfère aux résultats que nous avons obtenus (fig. 3, 4, 5, 6 et 7), les variations observées dans la population excluent la possibilité que le taux de croissance soit seulement limité par la toxicité de l'éthanol. Les études des « états d'équilibre » limités par la toxicité des substrats ne peuvent être effectuées avec un chémostat, mais avec un turbidostat.

Des variations observées au cours de cultures continues ont déjà été signalées dans la littérature. Ainsi DEAN et ROGERS (1967) ont constaté que l'introduction de *m*-crésol dans le milieu de croissance d'*Aerobacter aerogenes* entraînait des perturbations dans la population pendant une vingtaine de générations. En culture continue de *Saccharomyces cerevisiae*, avec l'éthanol comme substrat carboné, MOR et FICHTER (1968) ont constaté des oscillations pendant quelques dizaines d'heures après un changement brusque du taux de dilution.

Ramkrishna, Fredrickson et Tsuchiga (1967) ont proposé des modèles mathématiques tenant compte à la fois d'un inhibiteur et de la composition différente que peuvent prendre les cellules au cours de leur croissance. Si l'on considère la masse cellulaire comme formée de deux groupes de substances réagissant différemment aux conditions du milieu, les auteurs ont prévu que le lessivage de la culture peut être provoqué quel que soit le temps de séjour, cela dépend essentiellement des conditions initiales (composition des cellules) lors des changements de dilution. D'autre part, des oscillations pratiquement non amorties peuvent avoir lieu avant d'atteindre un état d'équilibre stable. Dans d'autres cas, les oscillations seront accentuées avant le lessivage de la culture.

Il apparaît que le modèle présenté par Ramkrishna, Fredrickson et Tsuchiga (1967) puisse expliquer une partie des phénomènes que nous avons constatés. Ainsi, pour un total d'éthanol et d'acide acétique de 1 000 mM/l, le brusque passage de D = 0,027 à D = 0,134 entraîne le lessivage de la culture alors que le passage D = 0,027 à D = 0,04 puis 0,04 à 0,134 n'entraîne pas le lessivage de la culture.

Comme le prévoit la théorie, aux faibles taux de dilution (fig. 3), lorsque la concentration en produits inhibiteurs augmente, nous constatons des variations importantes dans l'acidité, atteignant 63 p. 100 ; les variations observées dans la population sont du même ordre de grandeur. Ces variations sont moins accusées pour les taux de dilution plus importants (fig. 4).

Dans la figure 3, considérons le rapport $\frac{P}{N}$, représentant le rapport de la concentration d'acide (P) en mM/l à la population bactérienne (N) exprimée en densité optique, comparé avec les fluctuations de la population et de l'acidité. Nous constatons un léger décalage dans les maximums, ce décalage est accentué figure 4. Figure 3, les bactéries sont les plus actives au début de la diminution de la population. Dans tous les cas observés, le calcul montre que nous n'avons pas une simple dilution de la population bactérienne mais un ralentissement apparent dans la multiplication. Ainsi, entre la trois cent quatre-vingt-quatrième heure et la quatre cent seizième heure, la densité optique passe de 0,54 à 0,4, ce qui donne pour le coefficient de dilution D = 0,013 6 et d'après la formule

$$\frac{\text{Log } x_2}{t_2} - \frac{\text{Log } x_1}{t_1} + D = \mu \qquad \text{(Monod, 1950)}$$

dans laquelle x représente la densité optique et t le temps, un taux de croissance néperien apparent égal à 0,004 2.

On constate de même que le synchronisme entre la multiplication cellulaire et la production d'acide acétique n'est pas observé pour les autres taux de dilution (fig. 4, 5, 6 et 7). Pour les taux de dilution plus élevés (fig. 6), on observe que l'acidité reste pratiquement constante alors que les variations observées dans la population sont encore importantes.

Si l'on veut optimaliser en culture continue la transformation de l'éthanol en acide acétique, il faut nécessairement se placer dans les conditions où l'acide acétique n'est pas oxydé. Ce sera le cas lorsque l'éthanol ne constituera pas le facteur limitant. Si le milieu est convenablement ajusté, ce seront les produits inhibiteurs (éthanol, acide acétique) qui limiteront la population et l'oxydation de l'acétate. Nous avons

vu (fig. 1 et 2) que pour D = 0,026 et une teneur en acide voisine de 800 mM/l, l'oxydation de l'acide acétique accumulé se produira lorsque l'éthanol ne sera plus présent dans le milieu de culture. Pour des concentrations voisines de 1 M/l, pour un taux de dilution égal à 0,026 sur une période de deux cents heures, nous n'avons pas observé l'oxydation de l'acide acétique accumulé.

Dans les cas consignés dans le tableau 1, il est vraisemblable que l'acide acétique produit pour un même total (T) constitue le facteur limitant, puisqu'une augmentation des autres éléments nutritifs glucose, extrait de levure, n'augmente pas sa teneur. Dans ce cas là, il apparaît que le coefficient de dilution D est lié à la teneur en acide P par une relation du type $D = a - bP$ lorsque le total T représentant l'éthanol plus l'acide demeure constant. Notons qu'HINSHELWOOD (1952) a déjà proposé une équation de ce type pour décrire l'effet de l'éthanol sur une culture de *Bacterium lactis aerogenes*. Lorsqu'on tient compte du total (alcool + acide), l'équation dans l'intervalle étudié se met sous la forme

$$D = a_0 \, e^{-K_1 T} - P . b_0 \, e^{-K_2 T}.$$

Pour un taux de dilution donné, il existe donc une valeur optimale d'acide acétique produit ; dans notre expérience, cette valeur est fonction du total T. Ainsi, pour optimaliser la production d'acide acétique, il faut se placer dans les conditions de productivité décrites par la courbe E (fig. 11).

Dans l'expérimentation que nous avons effectuée, la productivité optimale est de 109,68 mM d'acide formé par litre de milieu en fermentation et par heure, lorsque la concentration totale est de 640 mM/l et le taux de dilution égal à 0,24.

Nous retrouvons avec *A. mesoxydans* la cinétique déjà constatée avec *A. xylinum*, à savoir que la production d'acide est liée à la croissance des bactéries par une relation du type

$$\frac{Q_{O_2}}{K} = \frac{P . D}{N} = aD + b,$$

a et *b* prenant différentes valeurs selon le taux de dilution D et la teneur totale en acide plus éthanol.

Dans l'industrie, la fermentation acétique est réalisée jusqu'à une teneur totale d'acide acétique de 1 500 mM/l à 2 000 mM/l. Si l'on veut optimaliser la production d'acide acétique par le moyen de la fermentation continue, il faut opérer, d'après notre étude, à des concentrations totales inférieures, donc réaliser la fermentation en plusieurs étapes, en tenant compte des contraintes suivantes. L'éthanol ne doit pas constituer l'élément nutritif limitant avant que l'acide acétique produit ne soit inhibiteur de sa propre oxydation. D'autre part, si l'on opère avec des dilutions trop faibles, il y aura (fig. 3) des oscillations qui ne donneront pas un produit final homogène.

Le calcul des rendements de transformation du glucose et de l'éthanol montre pour ces deux substrats trois phases distinctes (fig. 14, 15, tabl. 2).

On constate qu'aux faibles taux de dilution, inférieurs à 0,07, l'énergie de maintien utilisée pour les cellules est inférieure à celle utilisée lorsque le taux de croissance est supérieur. Notons qu'un tel fait a déjà été signalé par HEMPFLING et VISHNIAC (1967) pour *Thiobacillus neapolitances* en culture sur thiosulfate et par EDWARDS *et al.* (1970) pour *Candida utilis* en culture sur acétate.

Lorsque la concentration totale est de 640 à 690 mM/l on constate, pour les taux de dilution étudiés variant de D = 0,132 à 0,262, que l'énergie de maintien est nulle pour les deux substrats. Dans ce cas-là, en effet, la concentration en acide acétique non dissocié est beaucoup moins élevée que pour les taux de croissance inférieurs et donc l'énergie nécessaire au maintien du pH interne des cellules est diminuée.

Pour les trois phases considérées, on remarque que le rendement de transformation du glucose est particulièrement bon à la différence de l'éthanol. Les chiffres obtenus avec le glucose sont du même ordre de grandeur que ceux déjà obtenus pour les bactéries aérobies avec un seul substrat carboné (PIRT, 1965). Ce qui indique que le glucose est entièrement utilisé pour la croissance par les bactéries acétiques dans ces conditions de culture. Nous avons vérifié qu'il n'y a pas d'acide gluconique accumulé dans le milieu de culture.

Nous savons, d'après l'étude de STOUTHAMER (1960) sur *Gluconobacter liquefaciens*, que l'énergie produite sous forme d'ATP dans l'oxydation des substrats par les enzymes particulaires est très faible. Ainsi, cet auteur a mesuré que la transformation de l'éthanol en acétate entraîne la formation de 0,2 moles d'ATP par moles de substrat. C'est sensiblement le chiffre que nous trouvons dans le meilleur des cas (droite n° 2, fig. 15), pour des cellules en croissance dans le cas de la fermentation acétique.

Reçu pour publication en avril 1973.

SUMMARY

STUDY OF ACETIC ACID PRODUCTION BY *A. MESOXYDANS* IN CONTINUOUS CULTURE IN TERMS OF INITIAL ETHANOL CONTENT

The study, in continuous culture, of acetic fermentation realized by *Acetobacter mesoxydans* was carried out in terms of ethanol content.

Acetic fermentation is a fermentation in which one of the substrates used, *i. e.* ethanol, and the product of this substrate, acetic acid, are growth inhibitors of bacteria in the concentrations where they are used. Fluctuations in population and acidity which vary according to the rates of dilution are observed. When ethanol constitutes the limiting nutritive factor, the accumulated acetic acid is oxydized in turn if the acetic acid produced does not inhibit its own oxydation.

If ethanol does not constitute the limiting nutritive factor, it is observed that in the state of equilibrium the relationship $D = a - bP$ is quite well confirmed for the concentrations studied. In this relationship, D represents the rate of dilution, P the acetic acid content of the medium, a and b two constants which are the exponential functions of the degree (T) of ethanol and acetic acid of the medium.

It was observed that the optimal productivity of the fermentor (P.D) is linked to the rate of dilution by a relationship of the $D = m\ e^{h(P.D)}$ type ; m and h represent two experimental constants.

The measurements of growth yields of the glucose and ethanol which are the two carbon substrates used by the bacteria showed that glucose is especially good when compared with that of ethanol. These yields vary according to the growth rate and total ethanol and acetic content of the medium.

RESUMEN

ESTUDIO DE LA PRODUCCION DE ACIDO ACETICO POR *A. MESOXYDANS* EN CULTIVO CONTINUO, EN FUNCION DEL CONTENIDO INICIAL DE ETANOL

El estudio en cultivo continuo de la fermentación acética, realizada por *Acetobacter mesoxidans*, ha sido efectuado en función del contenido de etanol.

La fermentación acética es una fermentación en la cual uno de los substratos utilizados, es decir el etanol, y el producto de este substrato, o sea el ácido acético, constituyen los inhibidores del crecimiento de las bacterias en las concentraciones en que son utilizados. Se observan oscilaciones en la población y la acidez, que son variables según el grado de dilución. Cuando el etanol constituye el factor nutritivo limitante, el ácido acético acumulado queda a su vez oxidado en caso de que el ácido acético producido no es un inhibidor de su propia oxidación.

En caso de que el etanol no constituya el factor nutritivo limitante, se comprueba en el estado de equilibrio que la relación $D = a - bP$ queda correctamente verificada para las concentraciones estudiadas. En esta relación, D representa el grado de dilución, P el contenido de ácido acético del medio, y a su vez, a y b, dos constantes que constituyen las funciones exponenciales del contenido (T) de etanol y de ácido acético del medio.

Se ha podido comprobar que la productividad óptima del fermentador (P.D) se encuntra relacionada con el grado de dilución por una relación del tipo $D = m\, e^{h(P.D)}$. En la misma, m y h representan dos constantes experimentales.

Las mediciones de los rendimientos de crecimiento de la glucosa y del etanol, que son los dos substratos carbonados utilizados por las bacterias, han permitido demostrar que la glucosa es particularmente bueno cuando se procede a su comparación con aquél del etanol. Estos rendimientos varían según el grado de crecimiento y el contenido total del medio, tanto de etanol como de ácido acético.

RIASSUNTO

STUDIO DELLA PRODUZIONE D'ACIDO ACETICO MEDIANTE *A. MESOXYDANS* IN COLTURA CONTINUA IN FUNZIONE DEL TENORE INIZIALE IN ETANOLO

Lo studio in coltura continua della fermentazione acetica, realizzata mediante *Acetobacter mesoxydans*, è stato effettuato in funzione del tenore in etanolo.

La fermentazione acetica è una fermentazione in cui uno dei substrati impiegati, cioè l'etanolo, e il prodotto di questo substrato, l'acido acetico, sono degli inibitori della crescita dei batteri alle concentrazioni in cui sono utilizzati. Nella popolazione e nell' acidità sono osservate delle oscillazioni che variano secondo il tasso di diluizione. Quando l'etanolo costituisce il fattore nutritivo limitante, l'acido acetico accumulato e a sua volta ossidato nel caso in cui l'acido acetico prodotto non è un inibitore della sua propria ossidazione.

Nel caso in cui l'etanolo non costituisce il fattore nutritivo limitante, si nota allo stato d'equilibrio che il rapporto $D = a - bP$ è ben verificato per le concentrazioni studiate. In questo rapporto, D rappresenta il tasso di diluizione, P il tenore in acido acetico dell' ambiente, a e b, due costanti che sono le funzioni esponenziali del tenore (T) in etanolo e in acido acetico dell' ambiente.

E' stato constatato che la produttività ottimale del fermentatore (P.D) è legata al tasso di diluizione con un rapporto del tipo $D = m\, e^{h(P.D)}$, m e h rappresentato due costanti sperimentali.

Le misure dei rendimenti di crescita del glucosio e dell' etanolo che sono i due substrati carbonati utilizzati dai batteri, hanno mostrato che il glucosio è particolarmente buono quando è confrontato a quello dell' etanolo. Questi rendimenti variano secondo il tasso di crescita e il tenore totale dell' ambiente in etanolo e acido acetico.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

ANDREWS J. F., 1968. A mathematical model for the continuous culture of micro-organisms utilizing inhibitory substrates. *Biotechnol. Bioeng.*, **10**, 707-723.

BAUCHOP T., ELSDEN S. R., 1960. The growth of micro-organisms in relation to their energy supply. *J. gen. Microbiol.*, **23**, 457-469.

DEAN A. C. R., ROGERS P. L., 1967. The action of drugs on *Aerobacter aerogenes* in various systems of continuous culture. *Biochim. Biophys. Acta*, **158**, 280-292.

DIVIES C., DUPUY P., 1969. Oxydation de l'acétate par *Acetobacter rancens*. *Ann. Technol. agric.*, **18**, 339-350.

DIVIES C., 1970. Cinétique de la fermentation acétique réalisée par *Acetobacter xylinum*. *Rev. Ferment. Industr. Aliment.*, **25**, 105-110.

DIVIES C., 1972. Action de l'éthanol sur l'oxydation de l'acétate par *Acetobacter rancens*. *Biochimie*, **54**, 1073-1083.

EDWARDS V. H., 1970. The influence of high substrate concentrations on microbial kinetics. *Biotechnol. Bioeng.*, **12**, 679-712.

EDWARDS V. H., GOTTSCHALK M. J., NOOJIN A. J., TUTHILL L. B., TANNAHILL A. L., 1970. Extended culture : the growth of *Candida utilis* at controlled acetate concentrations. *Biotechnol. Bioeng.*, **12**, 975-999.

FRATEUR J., 1950. Essai sur la systématique des *Acetobacter*. *La Cellule*, **53**, 287.

HEMPFLING W. P., VISHNIAC W., 1967. Yield coefficients of *Thiobacillus neapolitances* in continuous culture. *J. Bacteriol.*, **93**, 874-878.

HINSHELWOOD C. N., 1946. In *The chemical kinetics of the bacteria cell*. Oxford University Press, London.

MONOD J., 1950. La technique de culture continue, théorie et applications. *Ann. Inst. Pasteur*, **79**, 390-410.

MOR J. R., FIECHTER A., 1968. Continuous cultivation of *Saccharomyces cerevisiae*. II. Growth on ethanol under transient state conditions. *Biotechnol. Bioeng.*, **10**, 787-803.

PIRT S. J., 1965. The maintenance energy of bacteria in growing cultures. *Proc. Roy. Soc.*, **163**, 224-231.

RAMKRISHNA D., FREDRICKSON A. G., TSUCHIYA H. M., 1967. Dynamics of microbial propagation : models considering inhibitors and variable cell composition. *Biotechnol. Bioeng.*, **9**, 129-170.

STOUTHAMER A. H., 1960. Energy production in *Gluconobacter liquefaciens*. *Biochim. Biophys. Acta* **56**, 19-32.

YANO T., KOGA S., 1969. Dynamic behavior of the chemostat subject to substrate inhibition. *Biotechnol. Bioeng.*, **10**, 139-153.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (2), 111-120.

TENEUR EN INHIBITEURS TRYPSIQUES DE DIVERS BLÉS DURS ET TENDRES

Marie-Claire CAMUS et J.-C. LAPORTE

Unité de Recherches diététiques de l'I. N. S. E. R. M., Hôpital Bichat, 170, Boulevard Ney, 75018 Paris

RÉSUMÉ

La teneur en inhibiteurs trypsiques de divers blés durs et tendres, ainsi que la constante de dissociation apparente des complexes trypsine-inhibiteur, sont déterminées en dosant, par son action sur la caséine, à concentration variable de trypsine et fixe d'inhibiteur, la trypsine non inhibée. Les blés étudiés ont des teneurs différentes en inhibiteurs trypsiques permettant de les classer en quatre groupes. Les blés durs se répartissent dans les deux groupes de plus faible teneur, et les blés tendres dans les trois groupes de plus forte teneur avec une teneur moyenne deux fois moindre pour les blés durs que pour les blés tendres. Les constantes de dissociation apparente des complexes trypsine-inhibiteur sont voisines et très faibles. Ces inhibiteurs sont plus ou moins détruits par des traitements mécanique, chimique, enzymatique. En particulier, l'action *in vitro* de HCl et de la pepsine, à des concentrations physiologiques, n'entraîne qu'une destruction partielle. Ces inhibiteurs pourraient donc *in vivo* atteindre l'intestin et intervenir dans la régulation de la sécrétion pancréatique.

Mots clés : *blés durs, blés tendres, inhibiteurs trypsiques.*

I. — INTRODUCTION

Les inhibiteurs trypsiques sont très répandus chez les végétaux en général (Pusztai, 1967) et les céréales en particulier (Learmonth et Wood, 1960 ; Shyamala, Kennedy et Lyman, 1961 ; Laporte et Trémolières, 1962 ; Laporte, 1964). Les teneurs en sont très différentes et celle du blé est faible par rapport à celle de certaines légumineuses comme le soja ou le pois chiche. Cependant, vu son importance nutritionnelle et une première étude restreinte (données non publiées, 1964) montrant une teneur plus grande pour les blés tendres que pour les blés durs, nous l'avons reprise et étendue. Nous avons aussi étudié l'effet de quelques traitements : mécanique (Ultra-Turrax), chimique (HCl), enzymatique (pepsine).

II. — TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES ET MATÉRIEL UTILISÉ

Les blés étudiés et leur teneur en azote figurent dans le tableau 1.

TABLEAU I

Blés étudiés et leur teneur en azote

Blés	N^{os}	Variétés	Azote p. 100
Durs	1	*Lakota*	1,70
	2	Variété américaine	1,52
	3	*Montferrier*	1,67
	4	Hybride blé dur × blé dur	1,85
	5	Hybride blé dur × blé tendre	1,69
	6	Hybride blé dur × blé tendre	1,40
Tendres	7	*Languedoc*	1,49
	8	*Étoile de Choisy*	1,47
	9	*Florence-Aurore*	1,70
	10	Hybride *Étoile de Choisy* × *Florence-Aurore*	1,53
	11	Hybride *Étoile de Choisy* × *Florence-Aurore*	1,56
	12	Hybride *Étoile de Choisy* × *Florence-Aurore*	1,52
	13	Hybride *Étoile de Choisy* × *Florence-Aurore*	1,42

Ces blés ont été cultivés dans des conditions identiques (parcelle, date de semis, fumure) et conservés de même six mois environ en chambre froide.

A. — *Dosage des inhibiteurs trypsiques* (LAPORTE, 1964)

Rappel théorique.

Soit un inhibiteur d'enzyme agissant par formation réversible d'un complexe inactif enzyme-inhibiteur très peu dissocié selon un équilibre $e + i \leftrightarrows ei$, auquel correspond une constante de dissociation :

$$K = \frac{(e)(i)}{(ei)}.$$

La concentration I d'inhibiteur total, la concentration E d'enzyme totale, la concentration A d'enzyme active, la constante K de dissociation du complexe sont liées par une relation :

$$F(I, E, A) = A(I - E + A) - K(E - A) = 0$$

La surface représentative de cette fonction est un paraboloïde hyperbolique dont les sections par des plans I = constante et E = constante sont des hyperboles F(E, A) = 0 et F(I, A) = 0.

Principe.

En présence d'une concentration constante d'inhibiteur total, on dose la concentration de trypsine restée active pour différentes concentrations de trypsine totale, et on trace la courbe de la concentration de trypsine active en fonction de la concentration de trypsine totale. On obtient l'une des hyperboles précédentes F(E, A) = 0. Une de ses asymptotes A = E — I coupe l'axe des E, autre asymptote, au point S d'abscisse t = E où a lieu la correspondance stœchiométrique entre l'enzyme et l'inhibiteur. Le point de même abscisse t sur la courbe a une ordonnée a, telle que $K = \frac{a^2}{t - a}$ (fig. 1).

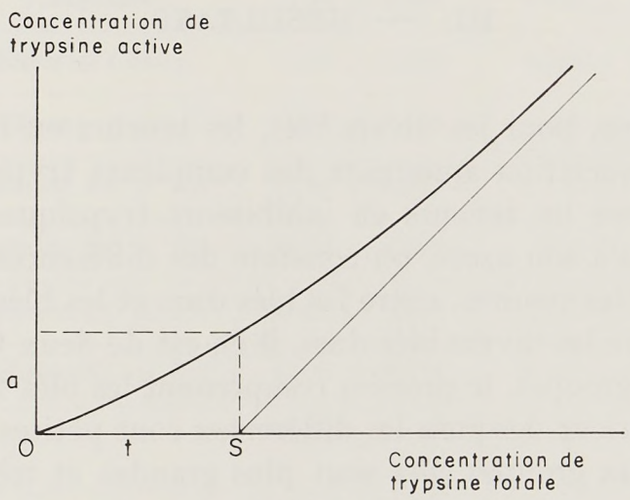


FIG. 1

La trypsine restée active est dosée par son action sur de la caséine dont on détermine la fraction dégradée, par spectrophotométrie à 280 nm, après précipitation par l'éthanol de la fraction non dégradée.

Conditions expérimentales.

Les inhibiteurs sont dosés dans les extraits aqueux à 1 et 2 p. 100 du produit de mouture intégrale des divers blés. La mouture est faite au moulin à café Moulinex et son produit est mis en suspension aqueuse avec agitation pendant 15 minutes à la température ambiante et centrifugé. Les expériences sont faites à 37°C en milieu tampon phosphate de sodium pH = 7,0; 0,05 M. La concentration de caséine est de 20 mg/ml, celles de produit de mouture correspondant à l'ex-

trait aqueux de 2 et 4 mg/ml, et celles de trypsine (trypsine lyophilisée Armour à 3 500 UNF [2] par mg) varient de 0 à 5 µg/ml.

Après 45 minutes d'incubation, on ajoute 9 volumes d'éthanol à 95° GL, 0,1 M en acide acétique et acétate de sodium, filtre, mesure la densité optique du filtrat à 280 nm. On reporte cette valeur sur une courbe étalon de trypsine, ce qui donne la quantité de trypsine restée active. Pour chaque concentration d'inhibiteur, on trace la courbe de la concentration de trypsine active en fonction de celle de trypsine totale et on applique à cette courbe expérimentale les données théoriques précédentes. On obtient ainsi la teneur T en inhibiteur et la constante K de dissociation apparente, dans ces conditions expérimentales, du complexe trypsine-inhibiteur.

B. — *Traitements appliqués aux produits de mouture*

1° Homogénéisation à l'Ultra-Turrax de suspensions aqueuses à 2 p. 100 des produits de mouture pendant 5 minutes à 0°C.

2° Action de la pepsine et/ou de HCl pendant 60 minutes à 37°C et pH = 1,9 à des concentrations de produit de mouture correspondant à 2 mg d'azote/ml et de pepsine de 0,5 mg/ml (pepsine Worthington à 2 600 unités/mg). Cette action de la pepsine libère 45 p. 100 d'azote soluble dans l'acide perchlorique 2 p. 100. Ces conditions peuvent être considérées comme physiologiques (Camus et Sautier, 1972).

C. — *Calculs statistiques*

La signification statistique des différences est évaluée par analyse de variance selon le test de Fisher-Snedecor. Les calculs sont faits avec les programmes de Lowy et Manchon (1968, 1969). Les différences sont considérées comme très significatives pour un seuil de probabilité $P < 0,01$, significatives pour un seuil de probabilité $0,01 < P < 0,05$, non significatives pour un seuil de probabilité $P > 0,05$.

III. — RÉSULTATS

Le tableau 2 donne, pour les divers blés, les teneurs en inhibiteurs trypsiques et la constante de dissociation apparente des complexes trypsine-inhibiteur.

En ce qui concerne les teneurs en inhibiteurs trypsiques rapportées tant au produit de mouture qu'à son azote, on constate des différences entre les divers blés durs, entre les divers blés tendres, entre les blés durs et les blés tendres. Pour ce qui est des différences entre les divers blés durs, il en est de deux types, qui permettent de les classer en deux groupes, le premier comprenant les blés 1, 3, 5, 6, le deuxième les blés 2 et 4, à l'intérieur desquels les différences sont petites et non significatives, tandis qu'entre les deux groupes elles sont plus grandes et très significatives. Pour ce qui est des différences entre les divers blés tendres, il en est encore de deux types mais qui permettent ici de les classer en trois groupes. Le premier comprend les blés 9, 11, le deuxième les blés 8, 10, 12, 13, le troisième le blé 7, à l'intérieur desquels les différences sont petites et non significatives, tandis qu'entre chacun des groupes elles sont plus grandes et très significatives. Par ailleurs, les différences entre le deuxième groupe des blés durs et le premier groupe des blés tendres sont petites et non significatives. Ceci permet finalement de classer nos treize variétés en quatre groupes comprenant, groupe A, les blés durs 1, 3, 5, 6, groupe B, les blés durs 2, 4 et les blés tendres 9, 11, groupe C, les blés tendres 8, 10, 12, 13 et groupe D, le blé tendre 7. En ce qui concerne les constantes de dissociation apparente des

(1) UNF : unité National Formulary.

complexes trypsine-inhibiteur, on constate des différences parfois significatives et même très significatives mais elles sont peu importantes, sauf pour le blé 7 où la valeur est beaucoup plus petite que celles, voisines, des autres blés.

TABLEAU 2

Inhibiteurs trypsiques de divers blés

Teneurs T_1 (10^{-9} mole*/g de produit de mouture), T_2 (10^{-9} mole*/g d'azote), constante de dissociation apparente des complexes trypsine-inhibiteur K (10^{-8} mole*/l)

$M \pm s_M$ (4)

Blés	N^{os}	Variétés	T_1	T_2	K
Durs	1	*Lakota*	11,22 ± 0,204	660 ± 12,0	5,98 ± 0,400
	2	Var. américaine	13,70 ± 0,205	902 ± 12,0	5,38 ± 0,444
	3	*Montferrier*	9,67 ± 0,225	579 ± 13,5	8,01 ± 0,505
	4	Hybride *D* × *D*	14,17 ± 0,430	766 ± 23,2	7,11 ± 0,235
	5	Hybride *D* × *T*	10,67 ± 0,275	631 ± 16,3	6,0 ± 1,19
	6	Hybride *D* × *T*	9,67 ± 0,225	691 ± 16,1	5,23 ± 0,192
	Moyenne		11,52 ± 0,261	705 ± 15,5	6,28 ± 0,438
Tendres	7	*Languedoc*	27,44 ± 0,437	1 842 ± 29,3	1,87 ± 0,141
	8	*Étoile de Choisy*	18,22 ± 0,225	1 239 ± 15,3	4,77 ± 0,613
	9	*Florence-Aurore*	14,17 ± 0,430	833 ± 25,3	5,62 ± 0,359
	10	Hybride *EC* × *FA*	17,99 ± 0,371	1 176 ± 24,2	5,29 ± 1,035
	11	Hybride *EC* × *FA*	13,95 ± 0,260	894 ± 16,7	6,10 ± 0,188
	12	Hybride *EC* × *FA*	19,94 ± 0,970	1 311 ± 63,8	5,12 ± 0,668
	13	Hybride *EC* × *FA*	17,99 ± 0,371	1 267 ± 26,1	3,76 ± 0,484
	Moyenne		18,53 ± 0,437	1 223 ± 28,7	4,65 ± 0,498

* En admettant pour la trypsine pure une activité de 3 500 UNF/mg et une masse molaire de 24 000.

Le tableau 3 donne la teneur en inhibiteurs trypsiques et la constante de dissociation apparente pour deux blés tendres avant et après homogénéisation à l'Ultra-Turrax. On constate que les teneurs en inhibiteurs trypsiques sont très significativement moindres après traitement et que les constantes de dissociation apparente restent inchangées.

Le tableau 4 donne la teneur en inhibiteurs trypsiques et la constante de dissociation apparente pour divers blés durs et tendres, avant et après action de la pepsine

et/ou de HCl. On constate, tant pour les teneurs en inhibiteurs que pour les constantes de dissociation apparente, une diminution très significative après action de HCl, diminution modifiée non significativement par action conjointe de la pepsine.

TABLEAU 3

Effet d'une homogénéisation à l'Ultra-Turrax sur les inhibiteurs trypsiques de blés tendres
Teneur T_1 (10^{-9} mole*/g de produit de mouture),
constante de dissociation apparente des complexes trypsine-inhibiteur K (10^{-8} mole*/l)
$M \pm s_M$ (4)

Numéros	Variétés	Avant traitement		Après traitement	
		T_1	K	T_1	K
12	Hybride *EC* × *FA*	19,94 ± 0,970	5,12 ± 0,668	14,00 ± 0,512	5,32 ± 0,223
13	Hybride *EC* × *FA*	17,99 ± 0,371	3,76 ± 0,484	14,98 ± 0,570	3,45 ± 0,190

* En admettant pour la trypsine pure une activité de 3 500 UNF/mg et une masse molaire de 24 000.

IV. — DISCUSSION

Nous avons donc constaté que leurs teneurs en inhibiteurs trypsiques permettent de classer nos blés en différents groupes. Les blés durs se répartissent dans les groupes de faible teneur et les blés tendres dans ceux de forte teneur, avec un groupe commun et une teneur moyenne deux fois moindre pour les blés durs que pour les blés tendres. Il s'agit cependant là d'un échantillonnage relativement réduit. Il n'est donc pas exclu que cette division en groupes se retrouvant pour l'ensemble des blés, avec éventuellement des groupes supplémentaires, chaque groupe renferme des blés des deux espèces, ou que cette division en groupes soit fortuite et liée à l'échantillonnage étudié. Quant aux constantes de dissociation apparente des complexes trypsine-inhibiteur, elles sont voisines pour les divers blés.

Certains auteurs (HOCHSTRASSER, 1969) ont mis en évidence plusieurs inhibiteurs dans la fraction protéique soluble d'un même blé. En admettant qu'il s'agisse là d'un phénomène général, nous avons mesuré une constante de dissociation résultante tenant compte de chacune des constantes de dissociation élémentaires et les différences des teneurs peuvent s'expliquer de plusieurs manières. Une première explication consiste à considérer qu'il y a ou non plusieurs inhibiteurs dans chaque blé et que les inhibiteurs sont différents pour des blés de groupes différents et aussi de même groupe. Une deuxième explication consiste à considérer qu'il y a plusieurs

TABLEAU 4

Effet de la pepsine et/ou de HCl sur les inhibiteurs trypsiques de divers blés

Teneur T_1 (10^{-9} mole*/g de produit de mouture),
constante de dissociation apparente des complexes trypsine-inhibiteur K (10^{-8} mole*/l)
$M \pm s_M$ (4)

Blés	Numéros	Variétés	Avant traitement		Après traitement			
					par HCl		par HCl + Pepsine	
			T_1	K	T_1	K	T_1	K
Durs	1	*Lakota*	11,22 ± 0,204	5,98 ± 0,400	8,05 ± 0,836	1,47 ± 0,429	5,63 ± 0,736	2,41 ± 0,834
	5	Hybride *D* × *T*	10,67 ± 0,275	6,0 ± 1,19	6,33 ± 0,370	1,65 ± 0,196	4,49 ± 0,246	1,24 ± 0,194
Tendres	7	*Languedoc*	27,44 ± 0,437	1,87 ± 0,141	15,6 ± 1,00	0,70 ± 0,094	10,3 ± 1,66	1,19 ± 0,224
	13	Hybride *EC* × *FA*	17,99 ± 0,371	3,76 ± 0,484	14,44 ± 0,180	1,11 ± 0,208	9,2 ± 1,48	1,61 ± 0,340

* En admettant pour la trypsine pure une activité de 3 500 UNF/mg et une masse molaire de 24 000.

inhibiteurs dans chaque blé, que les inhibiteurs sont les mêmes dans tous les blés, mais en quantité et proportion différentes pour des blés de groupes différents et identiques pour ceux de même groupe. Une troisième explication consiste encore à considérer qu'il y a plusieurs inhibiteurs dans chaque blé, que ces inhibiteurs sont les mêmes, en quantité et proportion identiques, dans tous les blés de même groupe, mais qu'ils se répartissent entre un fond F commun à tous les groupes et un additif constitué d'une fraction f_1 pour le premier groupe, de deux fractions f_1 et f_2 pour le deuxième groupe..., de n fractions f_1, f_2..., f_n pour le $n^{ième}$ groupe. Les inhibiteurs trypsiques IT_i du groupe i sont donc donnés par :

$$IT_i = F + \sum_{1}^{i} f_i.$$

Puis, nous avons constaté que par divers traitements, mécanique, chimique, enzymatique, on diminue la teneur des divers blés en inhibiteurs trypsiques et aussi la constante de dissociation des complexes trypsine-inhibiteur dans le seul cas d'un traitement chimique (HCl). Dans le cadre des hypothèses précédentes, cette destruction pourrait affecter également les inhibiteurs de chaque type ou plus sélectivement les inhibiteurs de certains. De toute façon, un résultat important pratiquement est que l'action conjuguée d'HCl et de la pepsine laisse subsister une fraction importante de ces inhibiteurs qui, *in vivo*, pourraient donc atteindre l'intestin, tout au moins dans le cas d'une ingestion à l'état cru, dans l'éventualité d'une destruction thermique signalée par certains auteurs (Learmonth et Wood, 1960 ; Shyamala, Kennedy et Lyman, 1961 ; Laporte et Trémolières, 1962). Certes, comme nous le mentionnions initialement, la teneur en inhibiteurs des divers blés est faible comparativement à celle d'autres végétaux comme le soja, mais la constante de dissociation des complexes est du même ordre de grandeur, c'est-à-dire très faible. Il s'agit donc là de substances d'actions analogues. En ce qui concerne les répercussions nutritionnelles possibles, leur portée peut sembler faible à première vue dans une optique de pure inhibition de la trypsine au niveau intestinal. Cependant, ces inhibiteurs pourraient intervenir au niveau plasmatique après traversée de la paroi intestinale, en levant la rétro-inhibition exercée par la trypsine plasmatique sur la sécrétion pancréatique (Laporte, 1970 ; Laporte et Trémolières, 1971).

Par ailleurs, les différences de teneur en ces inhibiteurs et le classement en différents groupes de nos échantillons demanderaient une étude plus étendue et approfondie en liaison avec le génotype et l'ensemble des protéines solubles (Feillet et Bourdet, 1967), permettant éventuellement de préciser la distinction entre blés durs et blés tendres.

V. — CONCLUSION

Les blés étudiés ont des teneurs différentes en inhibiteurs trypsiques, permettant de les classer en quatre groupes. Les blés durs se répartissent dans les deux groupes de plus faible teneur et les blés tendres dans les trois groupes de plus forte teneur, avec une teneur moyenne deux fois moindre pour les blés durs que pour les

blés tendres. Les constantes de dissociation apparente des complexes trypsine-inhibiteur sont voisines et très faibles. Ces inhibiteurs peuvent être plus ou moins détruits par des actions mécanique, chimique, enzymatique. En particulier, l'action de HCl et de la pepsine, dans des conditions physiologiques, n'entraîne qu'une destruction partielle. Cette étude demanderait à être étendue.

Reçu pour publication en avril 1973.

REMERCIEMENTS

Nous remercions très vivement M. P. GRIGNAC, maître-assistant à l'École nationale supérieure agronomique de Montpellier, qui nous a très aimablement fourni les échantillons de blés étudiés.

SUMMARY

TRYPSIN INHIBITORS CONTENT OF VARIOUS WHEATS *TRITICUM DURUM* AND *TRITICUM VULGARE*

The content of trypsin inhibitors of various wheats, *Triticum durum* and *Triticum vulgare*, and the appearent dissociation constant of trypsin-inhibitor complexes were determined by measuring the action of non inhibited trypsin on casein, with various amounts of trypsin and constant amounts of inhibitors. The types of wheats studied contained differents amounts of trypsin inhibitors which enabled them to be classified into four groups : *Triticum durum* fell into the two weakest groups and *Triticum vulgare* fell into the three strongest groups. *Triticum vulgare* contained, an average, twice as much inhibitors as *Triticum durum*. The appearent dissociation constants of trypsin-inhibitor complexes were similar and very low. These inhibitors were partly destroyed by mechanic, chemical, enzymatic treatments. Specially, the reaction *in vitro* of HCl and pepsin at physiological amounts, caused partial destruction only. So, these inhibitors could *in vivo* reach the intestine and affect regulation of pancreatic secretion.

RESUMEN

CONTENIDO EN INHIBIDORES TRIPSICOS DE DIVERSOS TRIGOS DUROS Y CANDEALES

El contenido de inhibidores trípsicos de diversos trigos, duros y candeales, así como la constante de disociacíon aparente de los complejos tripsina-inhibidor, son determinados dosificando la tripsina no inhibida por su accíon sobre la caseina, a una concentración variable de tripsina y fija de inhibidor. Los trigos estudiados presentan contenidos diferentes en cuanto a inhibidores trípsicos que permiten su clasificación en cuatro grupos. Los trigos duros se reparten en los dos grupos cuyo tenor es más reducido y los trigos candeales en los tres grupos de mayor tenor. Su promedio es dos veces menor para los trigos duros que los trigos candeales. Las constantes de disociación de los complejos tripsina-inhibidor son proximas y muy debiles. Estos inhibidores son más o menos destruidos por los tratamientos mecánico, químico y enzimático. En particular, la acción *in vitro* de HCl y de la pepsina, a concentraciones fisiológicas, unicamente acarrea una destrucción parciàl. Estos inhibidores podrían, por consiguiente, *in vivo* alcanzar el intestino e intervenir en la regulación de la secreción pancreática.

RIASSUNTO

TENORE IN INIBITORI TRIPSICI DI DIVERSI TIPI DI GRANO DURO E TENERO

Il tenore in inibitori tripsici di diversi tipi di grano duro e tenero, come pure la costante di dissociazione apparente dei complessi tripsina-inibitore, sono determinati dosando, a concentrazione variabile di tripsina e fissa d'inibitore, la tripsina non inibita, per la sua azione sulla caseina. I tipi di grano studiati hanno dei tenori diversi in inibitori tripsici che permettono di classificarli in quattro gruppi. Il grano duro si suddivide in due gruppi con tenore più debole e il grano tenero in tre gruppi con tenore più forte. Il tenore medio é due volte inferiore per il grano duro rispetto al grano tenero. Le costanti di dissociazione dei complessi tripsina-inibitore sono vicini e molto deboli. Questi inibitori sono più o meno distrutti mediante trattamenti meccanici, chimici, enzimatici. In particolare, l'azione *in vitro* di HCl e della pepsina, a concentrazioni fisiologichi, causa solo una distruzione parziale. Questi inibitori potrebbero dunque *in vivo* raggiungere l'intestino e intervenire nella regolazione della secrezione del pancreas.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Camus M.-C., Sautier C., 1972. Protéolyse pepsique d'aliments d'origine animale et végétale. *Ann. Biol. anim. Bioch. Biophys.*, **12** (2), 281-288.

Feillet P., Bourdet A., 1967. Composition protéique et caractéristiques génétiques des blés. *Bull. Soc. Chim. biol.*, **49** (10), 1273-1283.

Hochstrasser K., 1969. Über pflanzliche protease inhibitoren. III. Reindarstellung der trypsinhibitoren aus keinen van weizerr und roggensamen lokalisierung der aktiven zentren. *Z. Hoppe Seyler's Physiol. Chem.*, **350** (2), 249-254.

Laporte J.-C., Trémolières J., 1962. Action inhibitrice des farines de riz, d'avoine, de maïs, d'orge, de blé, de seigle, de sarrasin, sur certaines enzymes protéolytiques du pancréas. *C. R. Soc. Biol.*, **156** (7), 1261-1263.

Laporte J.-C., 1964. *Mise en évidence et étude de facteurs antiprotéolytiques dans les céréales.* Thèse 3e cycle, Paris.

Laporte J.-C., 1970. *Activation et sécrétion des enzymes pancréatiques.* Thèse sciences, Paris.

Laporte J.-C., Trémolières J., 1971. Régulation hormonale de la sécrétion enzymatique du pancréas exocrine. *C. R. Acad. Sci.*, série D, **273**, 1205-1207.

Learmonth E., Wood J., 1960. A trypsin inhibitor in wheat flour. *Chem. Ind.*, 1569-1570.

Lowy R., Manchon P., 1968-1969. *Eléments de statistiques appliqués à la biologie.* 3 vol., Olivetti, Paris.

National Formulary, 1970. 746-747, 13th ed., American pharmaceutical Association, Washington.

Pusztai A., 1967. Trypsin inhibitors of plant origin, their chemistry and potential role in animal nutrition. *Nutr. Abst. Rev.*, **37**, 1-9.

Shyamala G., Kennedy B., Lyman R., 1961. Trypsin inhibitor in whole wheat flour. *Nature*, (192), 360.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (2), 121-129.

COMPOSITION DES ESSENCES D'ÉCHALOTES (*ALLIUM CEPA* L. VAR. *AGGREGATUM*)

S. DEMBELE et P. DUBOIS

Station de Technologie des Produits végétaux,
Centre de Recherches, I. N. R. A.,
B. V. 1540, 21034 Dijon Cedex

RÉSUMÉ

Quatre types d'échalotes ont été distillés et leurs essences étudiées en couplage chromatographe en phase gazeuse — spectromètre de masse.

Ces essences sont qualitativement semblables, mais elles diffèrent par les teneurs en radicaux méthyle, propyle et propényl-1 *cis* et *trans* de leurs di et trisulfures.

Les teneurs en radicaux propényles sont plus élevées dans les échalotes que dans les oignons. Ces teneurs en radicaux propényles sont également variables d'une variété d'échalote à une autre.

Mots clés : *échalote, oignon, arômes, spectrométrie de masse, chromatographie en phase gazeuse.*

INTRODUCTION

Les plantes appartenant au genre *Allium* doivent leur arôme à des précurseurs dont l'hydrolyse survient lors du broyage des cellules. Ces précurseurs sont des S-alkyl et S-alkényl cystéine sulfoxydes qui se dégradent par voie enzymatique en ammoniac, acide pyruvique et thiosulfinates du type R—S(O)—S—R′ (Carson, 1967).

Il existe, pour les oignons broyés, une étroite corrélation entre leurs teneurs en acide pyruvique et les facteurs de dilution nécessaires pour atteindre le seuil de détection olfactif. De ce fait, le dosage de l'acide pyruvique est un moyen rapide de mesure du pouvoir aromatique des bulbes (Schwimmer et Guadagni, 1962 ; Schwimmer, Venstrom et Guadagni, 1964).

De leur côté, les thiosulfinates sont instables et donnent naissance à des thiosulfonates et à des disulfures (Barnard, 1957).

Les constituants majeurs des essences des plantes du genre *Allium* ont, en fait, pour formule générale R—S_n—R′, *n* étant égal à 2 et 3. Les mono et tétrasulfures sont également présents, mais en quantités beaucoup plus faibles.

Les radicaux méthyle et propyle sont présents dans les essences des différentes plantes du genre *Allium*. Le radical allyle caractérise l'aïl (*A. sativum* L.), le caucas (*A. victorialis* L.) selon NISHIMURA *et al.* (1971), et selon SAGHIR *et al.* (1965) différentes espèces sauvages. Ce radical n'est présent qu'à l'état de traces dans les essences industrielles d'oignon selon BRODNITZ, POLLOCK et VALLON (1969).

Dans l'oignon (*Allium cepa* L.) et la ciboulette (*A. schoenoprasum* L.), WAHLROOS et VIRTANEN (1965) ont trouvé les radicaux propényl-1 *cis* et *trans*, résultat qui a été confirmé par BRODNITZ, POLLOCK et VALLON (1969). Enfin, toujours dans les essences d'oignon, BOELENS *et al.* (1971) ont identifié une trace d'isopropyle.

Le présent travail concerne la composition de l'essence d'une autre plante du genre *Allium*, l'échalote. SCHWEISGUTH (1972) indique que certains auteurs en font une espèce à part, *A. ascalonicum* L., mais que le plus souvent elle est rattachée botaniquement à l'oignon, *A. cepa* L., et en constitue la variété *aggregatum*. Dès lors, les divers types d'échalotes cultivées sont des sous-variétés. Quatre d'entre elles ont été étudiées : l'échalote dite « oignon », l'échalote dite « de Bretagne », l'échalote violette et l'échalote grise. Cette dernière est encore plus mal définie botaniquement que les autres.

Cette étude sur la composition des essences a été complétée par des mesures de teneurs en matière sèche et en acide pyruvique.

MATÉRIEL ET MÉTHODES

Les quatre types d'échalotes étudiés sont ceux que l'on rencontre le plus couramment dans le commerce de détail, où nous nous en sommes procurés quelques kilogrammes sur des lots différents. Ces lots ont été achetés au mois de février, soit six à huit mois après leur récolte.

TABLEAU I

Conditions d'analyse des essences d'échalotes

Chromatographie en phase gazeuse Perkin-Elmer modèle 880 Colonne { acier inox 3 mètres — 1/8 de pouce Carbowax 20 M à 5 p. 100 Chromosorb W Température programmée 80 à 180°C (2°C/mn) Analyse en couplage : Hélium 25 ml/mn Chromatographie seule : Azote 30 ml/mn	Spectrométrie de masse Varian-MAT type CH 5 Séparateur de gaz Watson-Biemann Énergie de bombardement : 70 eV Intensité du flux : 100 μA Température de source : 250°C

Après épluchage, broyage au mixeur dans un minimum d'eau et un repos d'une nuit, les essences sont obtenues par distillation dans un appareil où la prise de reflux, vers la colonne à rectifier, est située au milieu du liquide en décantation.

Les essences sont analysées d'une part en couplage du chromatographe en phase gazeuse à un spectromètre de masse, d'autre part dans les conditions utilisées par BRODNITZ et POLLOCK (1970) de façon à obtenir cette fois des résultats quantitatifs susceptibles de les différencier (tabl. 1).

Par ailleurs, chaque lot d'échalote a fait l'objet de déterminations de teneurs en matière sèche et en acide pyruvique comme suit : 10 bulbes de chaque lot sont épluchés et coupés en deux selon un plan de symétrie apparent. Les dix premières moitiés servent au dosage de l'acide pyruvique (SCHWIMMER et GUADAGNI, 1962), les dix autres sont écaillées et placées 72 heures dans une étuve à 80°C.

RÉSULTATS ET DISCUSSION

1. — *Teneurs des bulbes en acide pyruvique et en matière sèche*

Les résultats obtenus sont indiqués dans le tableau 2 où ils sont comparés à la moyenne de ceux obtenus précédemment sur différents lots d'oignons d'Auxonne cultivés dans la plaine de la Saône, à proximité de Dijon. Dans les unités où ces teneurs sont exprimées, on peut constater que les rapports acide pyruvique sur matière sèche sont toujours proches de l'unité. Il y aurait donc une certaine correspondance entre les teneurs en matière sèche et les pouvoirs aromatiques, d'un type à un autre.

TABLEAU 2

Teneurs en acide pyruvique et en matière sèche de différentes échalotes

	Acide pyruvique μ moles/g	Matière sèche p. 100
Oignon « d'Auxonne »	12	14
Échalote « oignon »	15,8	16
— « de Bretagne » ..	15,9	15,9
— violette	23,7	24
— grise	30,5	31

Quoiqu'il en soit, les échalotes dites « oignons » et « de Bretagne » ont des teneurs en matière sèche et des pouvoirs aromatiques qui les rapprochent des oignons forts (SCHWIMMER et WESTON, 1961). Celles dites violettes et grises sont encore plus « fortes », ce que des observations courantes permettaient de prévoir.

2. — *Analyse qualitative des essences*

La figure 1 représente le chromatogramme obtenu sur une essence d'échalote violette en couplage chromatographe en phase gazeuse — spectromètre de masse. Les composés identifiés sont énumérés sur le tableau 3.

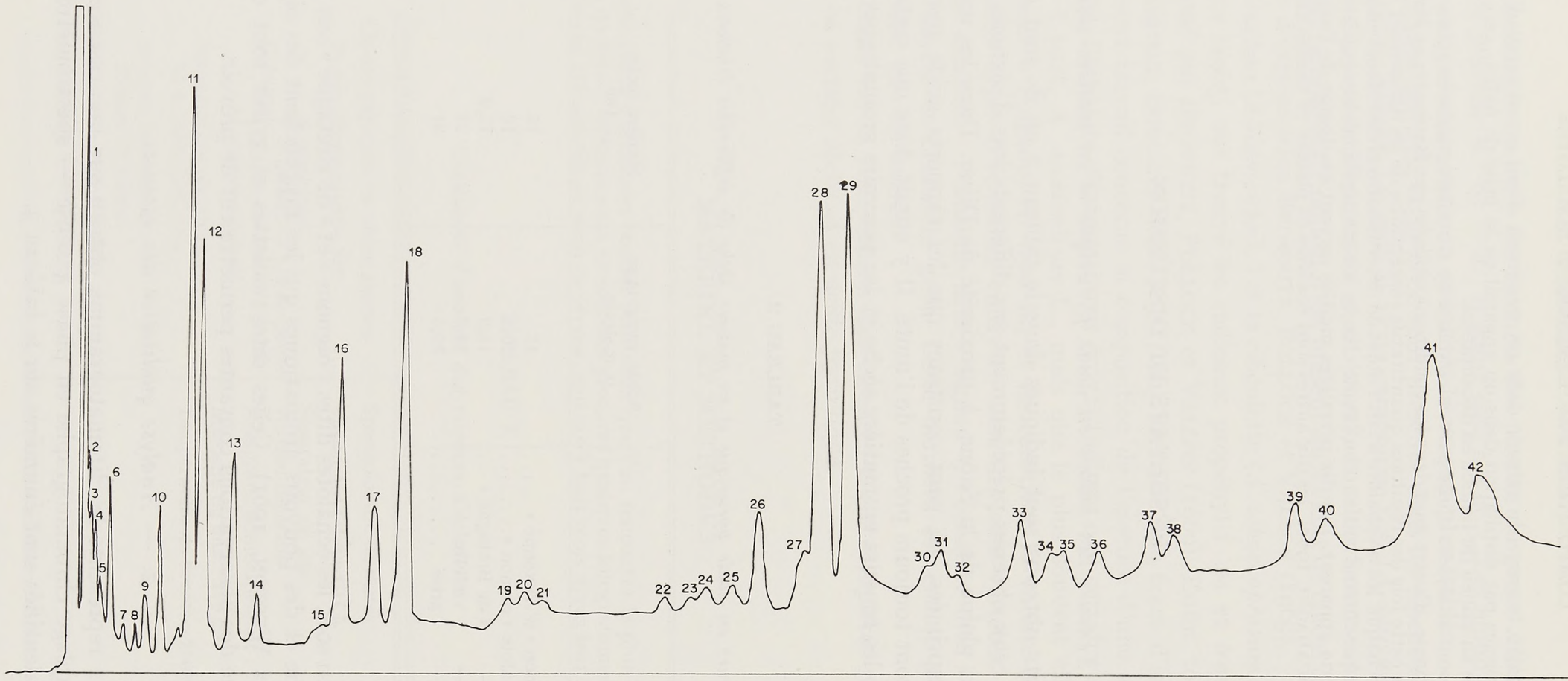


FIG. 1. — *Chromatogramme obtenu sur l'essence d'échalote violette en couplage avec le spectromètre de masse.*
Les numéros des pics correspondent à ceux du tableau 3

TABLEAU 3

Constituants de l'essence d'échalote violette

Les numéros des pics sont ceux de la figure 1

Pic n°	Composés identifiés
1	Propène thiol
2	Inconnu
3	Méthyl propényl sulfure
4	Méthyl propényl sulfure
5	Inconnu
6	Diméthyl disulfure
7	Propyl propényl sulfure
8	Propyl propényl sulfure
9	Méthyl-2 pentène-2 al et diméthyl-2,5 thiophène
10	Diméthyl-2,4 thiophène
11	Méthyl propyl disulfure
12	Diméthyl-3,4 thiophène
13	Méthyl propényl-1 *trans* disulfure
14	Propane thioate de méthyle
15	Diméthyl trisulfure
16	Dipropyl disulfure
17	Propyl propényl-1 *cis* disulfure
18	Propyl propényl-1 *trans* disulfure
19	Propane thioate de propyle
20	Méthyl propyl trisulfure
21	Propane thioate de propényle
22 à 24	Inconnus
25	Dipropyl trisulfure
26 et 27	Inconnus
28	Propyl propényl-1 *cis* trisulfure
29	Propyl propényl-1 *trans* trisulfure
30 à 36	Inconnus
37	Méthyl-5 n-hexyl-2 furanone-3 (2 H)
38 à 40	Inconnus
41	Méthyl-5 n-octyl-2 furanone-3 (2 H) (voir le texte)
42	Voir le texte

Nous considérons successivement les composés oxygénés, les monosulfures, les disulfures, les trisulfures, les dérivés du thiophène, les thioates et les composés divers.

2. 1. *Composés oxygénés.*

Deux composés identifiés dans les essences d'oignon ont été retrouvés ici : il s'agit du méthyl-2 pentène-2 al qui participe au pic n° 9, et le méthyl-5 n-hexyl-2 furanone-3 (2 H) (pic n° 37) qui a été identifié en comparant son spectre de masse avec celui publié par Boelens *et al.* (1971). Le composé en partie responsable du pic n° 41 a un spectre de masse très semblable à celui du méthyl-5 n-hexyl-2 furanone-3 (2 H), mais possède un ion parent à m/e = 210. Nous supposons qu'il s'agit du méthyl-5 n-octyl-2 furanone-3 (2 H). Ces deux dérivés du furane sont les deux principaux constituants d'un extrait au solvant fait sur des jus d'oignons et d'échalotes obtenus avec des bulbes préalablement blanchis trente minutes dans l'eau bouillante. La tridécanone signalée par Boelens *et al.* dans les essences d'oignons a été retrouvée, mais en utilisant l'OV 17 comme phase liquide. Dans ces conditions, nous avons également reconnu la présence d'une trace d'undécanone (méthyl nonyl cétone).

2. 2. *Monosulfures.*

L'interprétation des spectres de masse et les analogies de volumes de rétention relatifs des disulfures nous ont permis d'identifier quatre monosulfures (pics n° 3, 4, 7 et 8) possédant les radicaux méthyle, propyle et propényle-1 *cis* et *trans*.

2. 3. *Disulfures.*

Six disulfures ont été identifiés par leurs spectres de masse et grâce aux volumes de rétention relatifs donnés par Brodnitz, Pollock et Vallon (1969) sur la même phase liquide, le Carbowax 20 M. Ces composés semblent bien être les plus caractéristiques des essences d'échalotes et d'oignons, et c'est sur eux que porteront les analyses quantitatives.

Nous n'avons pas retrouvé de disulfures possédant les radicaux allyle ou isopropyle signalés dans les essences d'oignons, mais il est possible que cela tienne à un pouvoir de résolution insuffisant de la colonne de chromatographie en phase gazeuse utilisée.

2. 4. *Trisulfures.*

Cinq trisulfures ont été détectés et identifiés (pics n° 15, 20, 25, 28 et 29). Les autres trisulfures des essences d'oignons sont peut-être présents, mais en quantités très faibles. Les trisulfures de propyle et de propényle-1 *cis* et *trans* sont abondants alors que les essences fraîches d'oignons contiennent surtout les trisulfures de méthylpropyle et de dipropyle.

2. 5. *Dérivés du thiophène.*

Le diméthyl-3,4 thiophène est particulièrement abondant dans les essences d'échalotes. Les deux autres diméthylthiophènes identifiés par Boelens *et al.*

(1971) et par DUBOIS *et al.* (1972) dans les essences d'oignons sont également présents ici (pics 9 et 10).

Nous n'avons pas retrouvé la diméthyl-3,4 thiophénone-2 (5 H) identifiée par BOELENS *et al.* ; par contre, pour un certain nombre de pics, les spectres de masse présentent deux ions intenses pour m/e = 69 et m/e = 129 qui pourraient avoir pour origine des structures semblables à celle de ce composé.

2. 6. *Propanethioates.*

DUBOIS *et al.* (1972) ont signalé la présence de deux propanethioates dans une vieille essence d'oignon. Ici, sur une essence d'échalote fraîche, nous les avons retrouvés (pics 14 et 19) ainsi qu'un troisième, le propanethioate de propényle (pic 21). Ces composés se forment sans doute par réarrangements internes des disulfures correspondants et leur présence fait apparaître un mode de dégradation des constituants majeurs des essences d'oignons et d'échalotes. Ces thioates sont des esters et sont, par conséquent, susceptibles de s'hydrolyser en acide propanethiolique.

2. 7. *Composés divers.*

Outre le propényl-1 thiol, les thiols non identifiés par BOELENS *et al.* ont été retrouvés ici. Leurs structures n'ont pas été déterminées.

3. — *Analyses quantitatives*

BRODNITZ et POLLOCK (1970) ont proposé le calcul d'un coefficient qu'ils ont appelé Q_{PR} et qui est le rapport de la hauteur du pic de dipropyl disulfure sur la somme des hauteurs des pics du dipropyl disulfure et des propyl propényl-1 *cis* et *trans* disulfures, ces hauteurs de pics étant mesurées après chromatographie en phase gazeuse en utilisant notamment comme phase liquide le Carbowax 20 M.

TABLEAU 4

« Quotients propyl » des essences d'échalotes

	Q_{PR}
Échalote « oignon »	0,51
— « de Bretagne »	0,50
— violette	0,38
— grise	0,30

En opérant de la même façon, nous avons trouvé des Q_{PR} de l'ordre de 0,65 pour les essences d'oignons cultivés dans la région de Dijon, c'est-à-dire un résultat tout à fait semblable à celui qu'ils avaient obtenu en moyenne (0,64) sur des essences industrielles produites en Hollande.

Ce test nous est donc apparu très intéressant et nous l'avons employé pour essayer de différencier les essences d'échalotes.

Le tableau 4 réunit les moyennes de cinq résultats obtenus sur chaque type d'échalotes. Celles dites « oignon » et « de Bretagne » sont mal différenciées l'une de l'autre, mais elles le sont assez facilement de l'oignon, d'une part, et des échalotes violettes et grises d'autre part.

CONCLUSION

Les analyses qualitatives montrent que l'échalote et l'oignon ont des essences de natures très semblables, ce qui apporte une justification supplémentaire à leur rapprochement taxonomique.

Les échalotes sont plus riches en matière sèche et en précurseurs d'arôme, et leurs essences sont plus riches que celle d'oignon en radicaux propényl-1 *cis* et *trans*. Ces caractères s'accentuent lorsque l'on va des échalotes dites « oignons » et « de Bretagne », qui se rapprochent des oignons forts, aux échalotes violettes et surtout grises.

Reçu pour publication en mai 1973.

SUMMARY

COMPOSITION OF SHALLOTS (*ALLIUM CEPA* L., VAR. *AGGREGATUM*) ESSENTIAL OILS

Four varieties of shallots have been distilled and their essential oils studied using a gas chromatograph coupled to a mass spectrometer.

All the compounds, already found in onion essential oil, are present in shallot essential oils. These are di and trisulfides of the methyl, propyl and 1-propenyl *cis* and *trans* isomers. But the relative amounts of these radicals are different from onion to shallot and also from a variety of shallot to another. Particularly, the amounts of 1-propenyl *cis* and *trans* are much higher in shallot than in onion, and specialy in shallot of the varieties called « violet » and « gray ».

The « propyl quotient » (ratio between the dipropyl disulfide and the sum of the propyl and propenyl disulfides), proposed by Brodnitz and Pollock, can be used to differentiate these essential oils.

RESUMEN

COMPOSICION DE LAS ESENCIAS DE CHALOTES (*ALLIUM CEPA* L., VAR. *AGGREGATUM*)

Han sido destilados cuatro tipos de chalotes y sus esencias estudiadas en acoplamiento cromatográfico en fase gaseosa-espectrómetro de masa.

Estas esencias son cualitativamente semejantes, pero difieren por sus contenidos en radicales metilo, propilo y propenil-1 *cis* y *trans* de sus di y trisulfuros.

Los contenidos en radicales propenilos son más elevados en los chalotes que en las cebollas. Estos contenidos en radicales proprenilos son también variables de una variedad de chalote a otra.

RIASSUNTO

COMPOSIZIONE DELLE ESSENZE DI SCALOGNI (*ALLIUM CEPA* L., VAR. *AGGREGATUM*)

Sono stati distillati quattro tipi di scalogni e le loro essenze sono state studiate in abbinamento gas-cromatografia-spettrometria di massa.

Queste essenze sono simili qualitativamente ma i loro tenori in radicali metile, propile e propenile-1 *cis* e *trans* dei loro di e trisolfuri sono diversi.

I tenori di radicali propenile sono più elevati negli scalogni che nelle cipolle. Questi tenori di radicali propenile variano ugualmente da una varietà di scalogno all' altra.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Barnard D., 1957. The spontaneous decomposition of aryl thiosulfinates. *J. Chem. Soc.*, 4675-4676.

Boelens M., de Valois P. J., Wobben H. J., van der Gen A., 1971. Volatile flavor compounds from onion. *J. agric. Food Chem.*, **19** (5), 984-991.

Brodnitz M. H., Pollock C. L., Vallon P. P., 1969. Flavor components of onion oil. *J. agric. Food Chem.*, **17** (4), 760-763.

Brodnitz M. H., Pollock C. L., 1970. Gas chromatographic analysis of distilled onion oil. *Food Technol.*, **24** (1), 78-80.

Carson J. F., 1967. Onion flavor. In *Chemistry and physiology of flavors*. The AVI Publishing Company, Wesport, Connecticut, U. S. A.

Dubois P., Brule G., Rigaud J., Dekimpe J., 1972. Produits de dégradation d'une essence d'oignon (*Allium cepa*). *Ind. aliment. agric.*, **89** (2), 127-129.

Nishimura H., Fujiwara K., Mizutani J., Obata Y., 1971. Volatile flavor components of caucas. *J. agric. Food Chem.*, **19** (5), 992-994.

Saghir A. R., Mann L. K., Bernhard R. A., Jacobsen J. V., 1964. Determination of aliphatic mono- and disulfides in *Allium* by gas chromatography and their distribution in the common food species. *Proc. am. Soc. Hort. Sci.*, **84**, 386-398.

Schweisguth B., 1972. (Communication personnelle).

Schwimmer S., Guadagni D. G., 1962. Relation between olfactory threshold concentration and pyruvic acid content of onion juice. *J. Food Sci.*, **27** (1), 94-97.

Schwimmer S., Venstrom D. W., Guadagni D. G., 1964. Relation between pyruvate content and odor strength of reconstituted onion powder. *Food Technol.*, **18**, 1231-1234.

Schwimmer S., Weston W. J., 1962. Enzymatic development of pyruvic acid in onion as a measure of pungency. *J. agric. Food Chem.*, **9** (4), 301-304.

Wahlroos O., Virtanen A. I., 1965. Volatiles from chives (*Allium schoenoprasum*). *Acta chem. scand.*, **19**, 1327-1332.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (2), 131-135.

PRÉSENCE DE DÉRIVÉS DE L'ACROLÉINE DANS UN RHUM A GOÛT ANORMAL

P. DUBOIS, A. PARFAIT * et Jocelyne DEKIMPE

Station de Technologie des Produits végétaux,
Centre de Recherches, I. N. R. A.,
B. V. 1540, 21034 Dijon Cedex

* *Station de Technologie des Produits végétaux, I. N. R. A.,*
97170 Petit-Bourg
(Guadeloupe)

RÉSUMÉ

Un rhum présentant un goût anormal a été analysé par chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse. Deux composés ont été identifiés à l'éthoxy-3 propanal et au triéthoxy-1,1,3 propane, produits d'addition de l'éthanol sur l'acroléine. Ces composés ont déjà été trouvés dans des whiskies « poivrés » dont le goût anormal provient aussi de la formation d'acroléine pendant la fermentation.

Mots clés : *rhum, acroléine, arôme, chromatographie en phase gazeuse, spectrométrie de masse.*

INTRODUCTION

La présence d'un goût anormal nous avait été signalée dans certains rhums fraîchement distillés. Leur odeur piquante disparaît par aération, mais en fin de dégustation on peut percevoir un goût que des dégustateurs ont qualifié de « phénolique » ou de « pharmaceutique ». C'est ce que les distillateurs appelleraient le goût d'alambic, qui disparaît d'ailleurs après un temps plus ou moins long.

MATÉRIEL ET MÉTHODES

Un échantillon de 500 ml d'un rhum piquant aéré, fraîchement distillé et expédié, dans une bouteille en verre, de la Martinique, a été redistillé, jusqu'à élimination presque totale de l'éthanol, dans un appareil en verre comportant une colonne à rectifier de Vigreux de 50 cm.

Le distillat, redilué dans un volume égal d'eau, présentait un goût normal, et les analyses ont porté sur le résidu.

Par extraction à l'éther diéthylique et évaporation totale de ce solvant, nous avons obtenu quelques dixièmes de ml d'un concentré présentant une forte odeur de rhum, mais de goût

TABLEAU I

Conditions d'analyse du concentré

Chromatographie en phase vapeur	Spectrométrie de masse
Appareil : Perkin-Elmer 880	Appareil : Varian-MAT CH5
Colonne { Carbowax 20 M à 15 p. 100 3 m — 1/8 de pouce	Séparateur de gaz : Watson-Biemann
Gaz vecteur : Hélium	Température de source : 250°C
Débit : 25 ml/mn	Énergie des électrons : 70 *eV*
Température programmée de 60 à 180°C à 2°C/mn	Intensité cathode : 100 μA

désagréable, même après dilution dans une solution hydroalcoolique à 50°GL. Ce concentré a été analysé en couplage chromatographe en phase gazeuse-spectromètre de masse dans les conditions indiquées au tableau I.

RÉSULTATS

Le début du chromatogramme obtenu est représenté sur la figure 1. Deux pics inhabituels encadrent le pic du méthyl-2 butanol et du méthyl-3 butanol qui ne sont pas séparés sur la phase liquide utilisée. Le spectre de masse du composé A, qui est indiqué sur la figure 2, est en bon accord avec celui publié par STENHAGEN *et al.* (1969) pour l'éthoxy-3 propanal. On y retrouve les pics $M^+ - 1$ ($m/e = 101$) et $M^+ - 44$ ($m/e = 58$) qui sont caractéristiques des aldéhydes aliphatiques, bien qu'ici le réarrangement d'hydrogène menant à la formation du pic $M^+ - 44$ se fasse par une voie un peu différente de celle qui est classique, du fait de la présence d'un oxygène en position gamma. Le pic $M^+ - 28$ ($m/e = 74$) correspond à la perte d'une molécule d'éthylène et n'est autre que le pic parent de l'hydroxy-3 propanal (fig. 3). Ce composé se fragmente à son tour pour donner les ions à $m/e = 73$ (perte d'un hydrogène), à $m/e = 45$ ($^+CH_2—CH_2—OH$) et à $m/e = 31$ ($CH_2 = ^+OH$). Dans le cas de l'éthoxy-2 propanal, le pic à $m/e = 45$ devrait être, logiquement, plus intense que le pic à $m/e = 31$.

Le composé B (fig. 1) est l'acétal de cette aldéhyde : le triéthoxy-1,1,3 propane. Les volumes de rétention et les spectres de masse des deux composés ont été vérifiés par analyse des produits de synthèse correspondants.

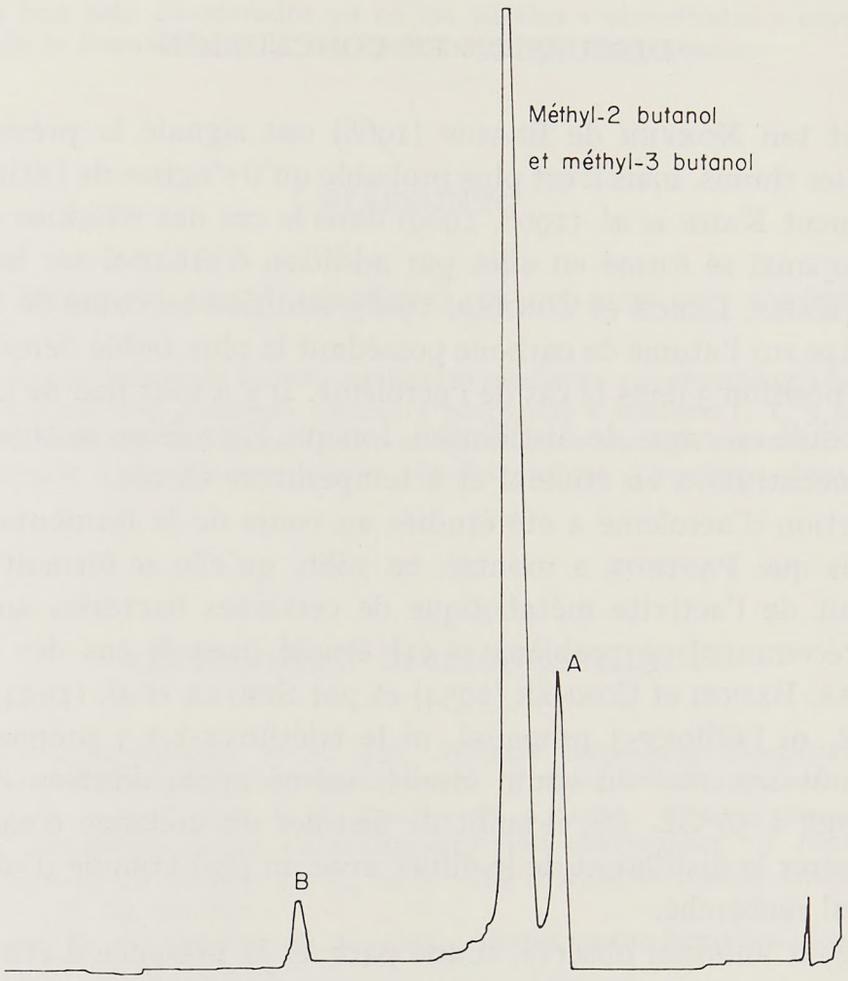


FIG. 1. — *Début du chromatogramme de l'extrait de rhum*

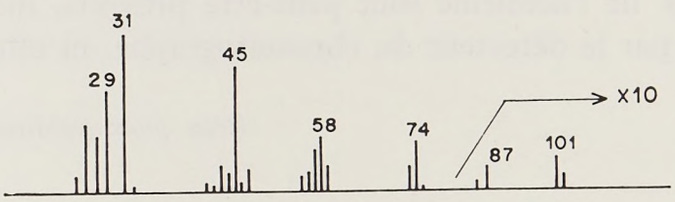


FIG. 2. — *Spectre de masse de l'éthoxy-3 propanal*

(*a*) $CH_3—CH_2—\overset{.+}{O}—CH_2—CH_2—CHO \text{——} (CH_2 = CH_2)$

$\longrightarrow \overset{.+}{H}O—CH_2—CH_2—CHO \longrightarrow \overset{+}{H}O=CH_2$ (m/e = 31)

(*b*) $CH_3—CH_2—\overset{.+}{O}—\overset{CH_3}{\overset{|}{C}}H—CHO \text{——} (CH_2 = CH_2)$

$\longrightarrow \overset{.+}{H}O—\overset{CH_3}{\overset{|}{C}}H—CHO \longrightarrow \overset{+}{H}O=CH—CH_3$ (m/e) = 45)

FIG. 3. — *Pertes d'éthylène à partir des ions moléculaires de l'éthoxy-3 propanal* (a) *et de l'éthoxy-2 propanal* (b)

DISCUSSION ET CONCLUSION

Maarse et ten Noever de Brauw (1966) ont signalé la présence d'éthoxy-2 propanal dans les rhums, mais il est plus probable qu'il s'agisse de l'éthoxy-3 propanal comme l'indiquent Kahn *et al.* (1968, 1969) dans le cas des whiskies dits « poivrés ». Cet éthoxy-propanal se forme en effet par addition d'éthanol sur la double liaison de l'acroléine (Kahn, Laroe et Conner, 1968), addition au cours de laquelle le radical éthoxy se fixe sur l'atome de carbone possédant la plus faible densité électronique, c'est-à-dire en position 3 dans le cas de l'acroléine. Il y a tout lieu de penser que cette réaction se produit en cours de distillation, lorsque l'acroléine se trouve en présence d'une forte concentration en éthanol et à température élevée.

La production d'acroléine a été étudiée au cours de la fermentation alcoolique des vins depuis que Pasteur a montré, en 1886, qu'elle se formait aux dépens du glycérol, du fait de l'activité métabolique de certaines bactéries anaérobies facultatives. Plus récemment ce problème a été étudié dans le cas des whiskies « poivrés » par Mills, Baugh et Conner (1954) et par Serjak *et al.* (1954).

Cependant, ni l'éthoxy-3 propanal, ni le triéthoxy-1,1,3 propane ne semblent présenter le goût anormal du rhum étudié, même après dilution de ces produits dans de l'éthanol à 50°GL. Or, il suffit de distiller un mélange d'eau, d'éthanol et d'acroléine, d'aérer le distillat et de le diluer avec un égal volume d'eau pour obtenir le goût anormal recherché.

Ainsi, le goût anormal observé, d'une part, et la présence d'éthoxy-3 propanal et de triéthoxy-1,1,3 propane, d'autre part, sont, l'un et l'autre, liés à la présence d'acroléine dans le vin de base. Quant à l'acroléine restée libre, elle doit se retrouver dans les têtes de distillation ou avoir été chassée du distillat lors de l'aération.

D'autres dérivés de l'acroléine sont peut-être présents, mais ils n'ont pu être mis en évidence, ni par le détecteur du chromatographe, ni olfactivement en sortie de colonne.

Reçu pour publication en mai 1973.

SUMMARY

OCCURENCE OF ACROLEIN DERIVATES IN AN OFF-FLAVOURED RUM

A rum, which presented an off-flavour, has been analysed by gas chromatography and mass spectrometry. Two compounds were identified to 3-ethoxy propanal and 1,1,3-triethoxy propane, which are addition products of ethanol on acrolein. These compounds have already been identified in « pepery » whiskies, whose off-flavour originates also from the formation of acrolein during the fermentation.

RESUMEN

PRESENCIA DE DERIVADOS DE ACROLEINA EN UN RON DE SABOR ANORMAL

Un ron que presentaba un sabor anormal ha sido sometido a análisis por cromatografía en fase gaseosa y espectrometría de masa. Han sido identificados dos compuestos, el etoxi-3

propanal y el trietoxi-1, 1, 3 propano, productos de adición del etanol sobre la acroleina. Estos compuestos han sido encontrados ya en los whiskis « pimentados » cuyo sabor anormal procede también de la formación de la acroleina durante la fermentación.

RIASSUNTO

PRESENZA DI DERIVATI DELL' ACROLEINA IN UN RUM CON SAPORE ANORMALE

Un rum con sapore anormale è stato analizzato mediante gas-cromatografia e spettrometria di massa. Si son trovati due composti : etossi-3 propanale e trietossi-1, 1, 3 propano, prodotti d'addizione dell' etanolo sull' acroleina. Questi composti sono stati già trovati in whisky « pepati » il cui sapore anormale è dovuto egualmente alla formazione d'acroleina durante la fermentazione.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Kahn J. H., Laroe E. G., Conner H. A., 1968. Whiskey composition : identification of components by single-pass gas chromatograph-mass spectrometry. *J. Food Sci.*, **33**, 395-400.

Kahn J. H., Shipley P. A., Laroe E. G., Conner H. A., 1969. Whiskey composition : identification of additional components by gas chromatography-mass spectrometry. *J. Food Sci.*, **34**, 587-591.

Maarse H., ten Noever de Brauw M. C., 1966. The analysis of volatile components of Jamaïca rum. *J. Food Sci.*, **31** (6), 951-955.

Mills D. E., Baugh W. D., Conner H. A., 1954. Studies on the formation of acrolein in distillery mashes. *Appl. Microbiol.*, **2** (1), 9-13.

Serjak W. C., Day W. H., Van Lanen J. M., Boruff C. S., 1954. Acrolein production by bacteria found in distillery grain mashes. *Appl. Microbiol.*, **2** (1), 14-20.

Stenhagen E., Abrahamsson S., Mc Lafferty F. W., editors, 1969. *Atlas of mass spectral data.* Intersc. Publishers, **1**, 275.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (2), 137-151.

ÉVOLUTION DES COMPOSÉS PHÉNOLIQUES AU COURS DE LA MATURATION D'UN *VITIS VINIFERA* BLANC : LE *MAUZAC*

G. DUMAZERT, H. MARGULIS et F.-R. MONTREAU

Laboratoire de Technologie agricole
Université Paul Sabatier,
31 Toulouse

RÉSUMÉ

L'étude globale par familles de composés phénoliques se révélant insuffisante pour saisir la variation qualitative du taux de ces composés, on a choisi de les suivre un à un au cours de la maturation de trois clones de *Mauzac* nettement définis. On a ainsi pu mettre en évidence :

— que l'on pouvait percevoir une série de synthèses « en cascade », les acides-phénols à molécule la plus simple pouvant servir de précurseurs dans la synthèse des diphénols, puis des macromolécules polymérisées, groupées sous le vocable de « tanoïdes » ;

— que, corrélativement, se produit au cours de la maturation une évolution contraire due à des dégradations par simplification des molécules de composés phénoliques ;

— que l'intensité de ces deux séries de phénomènes est variable suivant les clones de *Mauzac*. Le *Mauzac* rose, seul à synthétiser des anthocyanes, a un excès de composés phénoliques ; au contraire, il sera intéressant d'effectuer des sélections clonales de *Mauzac* blanc et surtout de *Mauzac* vert plus pauvres en composés phénoliques oxydables et donc susceptibles de donner des vins résistant à la madérisation.

Mots clés : *raisin*, Mauzac, *composés phénoliques, madérisation.*

I. — INTRODUCTION

Des considérations de trois ordres nous ont amenés à choisir le *Mauzac* comme matériel expérimental. Le premier peut être qualifié d'économique, le deuxième d'œnologique et le troisième d'ampélographique.

L'importance économique de ce cépage dans les vignobles à vins blancs du sud de la France est considérable. Ses différents clones constituent 85 à 90 p. 100 de l'encépagement de deux appellations d'origine contrôlées, Gaillac et Limoux. Ces A. O. C.

produisent tout l'éventail des vins blancs et, notamment, deux vins effervescents originaux, le Mousseux naturel de Gaillac et la Blanquette de Limoux.

Du point de vue œnologique, les vins de Gaillac et de Limoux ont une excellente réputation comme vins jeunes, mais ils « vieillardent » rapidement, sont très sensibles à la madérisation et acquièrent une certaine amertume au bout de trois à cinq ans. Le *Mauzac* porte en lui la cause de l'inaptitude de ses vins à vieillir convenablement, liée sans doute pour une grande partie à la nature et à la quantité des substances phénoliques qu'il apporte. Or, à notre connaissance, aucune étude générique n'avait été conduite sur ce cépage et sur l'évolution des jus et des vins qui en étaient issus.

Les considérations ampélographiques, enfin, tiennent à la grande variété des formes de ce cépage. Une dizaine d'entre elles semble être attribuable à des caractères non héréditaires et résulter du milieu ou des façons culturales. Mais Gaillacois et Limouxins paraissent s'arrêter sur trois formes nettement définies dans les deux vignobles et décrites par Galet (1958).

Le *Mauzac* blanc semble être la base de toutes les autres variétés, formes ou clones. Sa grappe tronconique et compacte prend une belle couleur dorée à maturité.

Le *Mauzac* vert doit son nom, non pas à un reste de chlorophylle, mais à la présence d'une couche de pruine, plus importante que pour le précédent, qui a opacifié sa pellicule et lui laisse une apparence de « raisin qui ne mûrit pas ».

Le *Mauzac* rose est le seul à pouvoir synthétiser des anthocyanes, qui se localisent dans la couche externe des cellules tangentielles de la pellicule.

Les études relatées ci-dessous ont été conduites simultanément sur ces trois sous-variétés, greffées sur *Riparia Gloire de Montpellier*, taillées en gobelet, plantées dans la même vigne de dix-neuf ans dont le sol était très homogène (Boulbènes).

II. — MATÉRIELS ET MÉTHODES EXPÉRIMENTALES

1. — *Préparation des échantillons*

a) *Échantillonnage.*

Le prélèvement des échantillons a été effectué à trois niveaux.

Le prélèvement pour maturation des grains ou pellicules de grains a été fait par arrachement des grains un à un, en variant l'exposition et l'altitude sur la souche, et a été répété cinq à sept fois pour s'assurer qu'il était représentatif de la vigne étudiée ; on a opéré simultanément sur plusieurs rangées de chacune des trois variétés de *Mauzac* étudiées en parallèle (unité d'étude : 100 grains ou pellicules de 100 grains).

Le prélèvement des moûts est effectué à la sortie de chaque appareil de cuverie (fouloir, pressoir, filtres...), l'unité d'étude étant de 100 ml.

Le prélèvement des vins a lieu à la cuve ou en bouteilles millésimées pour les vins vieux (unité d'étude de 100 ml ou de 1 000 ml selon les cas).

b) *Extractions.*

Les parties solides (rafles, pellicules et pépins) sont soumises à une macération de vingt-quatre heures dans l'acide chlorhydrique à 10 p. 100. Tous les échantillons sont traités par six fois 100 ml d'acétate d'éthyle pour 100 ml de matériel. Ces six fractions réunies sont concentrées sous vide partiel (trompe à eau) à température ambiante et réduites à 5 ml.

c) *Séparation.*

Les extraits précédents sont soumis à une chromatographie descendante sur papier Whatman n° 1 (feuilles de 40 × 50 cm), bidimensionnelle. Les dépôts sont de 0,1 ml par feuille et les solvants ont pour composition : migration I, acide acétique à 2 p. 100 ; migration II, phase supérieure du mélange butanol-acide acétique-eau (4-1-5).

La figure 1 donne un schéma du chromatogramme bidimensionnel d'un extrait de *Mauzac* rose. Chaque composé est repéré par un numéro repris dans le tableau 1 qui donne les valeurs des Rf, les réactions colorées et la nomenclature des différentes substances isolées.

Des bandelettes contenant les spots des substances pures sont découpées sur le chromatogramme et placées pour élution (sous forme de chromatographie descendante) dans l'acide acétique à 2 p. 100. On recueille ainsi 2 ml d'éluat.

2. — *Dosage des composés phénoliques regroupés en familles*

Les méthodes de dosage des composés phénoliques utilisées dans ce travail sont basées sur la détermination spectrophotométrique à différentes longueurs d'onde et sur les réactions colorées suivantes.

— Dosage des composés phénoliques totaux par le réactif de Folin-Ciocalteu à 700 nm, sous 1 cm (Sapis et Ribéreau-Gayon, 1968).
— Dosage des flavones et flavonols après réaction au chlorure d'aluminium à 430 nm (Romisch, 1959).
— Dosage des flavanes après réaction à la vanilline, à 500 nm, sous 1 cm (Swain et Hillis, 1959).
— Dosage des leucoanthocyanidols après précipitation par la poudre de nylon (MN-Polyamide, Macherey, Nagel and Co), chauffage pour hydrolyse et examen à 550 nm (Masquelier, 1963).

La combinaison des résultats de ces deux derniers dosages donne le rapport V/LA (résultat à la vanilline/résultat des leucoanthocyanidols) qui est utilisé comme indice de polymérisation.

3. — *Dosage des composés phénoliques individuels. Établissement des courbes d'évolution*

Pour que les courbes d'évolution soient bien significatives de la variation de taux des composés phénoliques, quelques précautions préalables ont été prises.

a) *Fréquence de l'échantillonnage.*

Les prélèvements ont été multipliés et ce d'autant plus que l'on approchait de la date des vendanges. En outre, plusieurs échantillons ont été prélevés sur chaque variété aux mêmes dates. On a pu ainsi rejeter les valeurs dont les écarts par rapport à la moyenne étaient trop grands sans nuire au résultat de l'expérience.

b) *Lissage de la courbe.*

Les jours de pluies (provoquant un « mouillage à la racine ») et les jours venteux ou caniculaires (responsables de passerillages passagers) donnaient des valeurs en défaut ou en excès. Elles ont été corrigées en se référant aux valeurs antérieures et postérieures à l'incident climatique, valeurs dont la moyenne a fait ressortir le pourcentage d'erreur de la lecture (identique pour tous les composés étudiés d'ailleurs).

c) *Lectures spectroscopiques.*

Chaque éluat de composé phénolique a été dosé en utilisant les caractéristiques de son spectre d'absorption dans le visible ou l'ultra-violet (Jurd, 1962).

Nous avons également adopté la méthode préconisée par Sudraud (1958), concernant l'intensité de la couleur dans les vins rouges, pour doser les anthocyanes en utilisant les valeurs du maximum (520 nm) et du minimum (420 nm) de leur spectre (fig. 2).

d) *Rôle des réactions colorées.*

Les réactifs donnent une coloration dont l'intensité est proportionnelle au taux de la substance étudiée. Lorsque plusieurs réactifs sont utilisables, on recherche, à l'aide d'une solution-

étalon du composé à analyser, les coefficients permettant la conversion des valeurs obtenues d'un réactif à l'autre.

C'est ainsi que la courbe sigmoïde représentant l'évolution du quercétol monoglucoside-3 (fig. 3) a été dressée avec précision, les valeurs obtenues au chlorure d'aluminium confirmant celles données par le réactif de Folin-Ciocalteu.

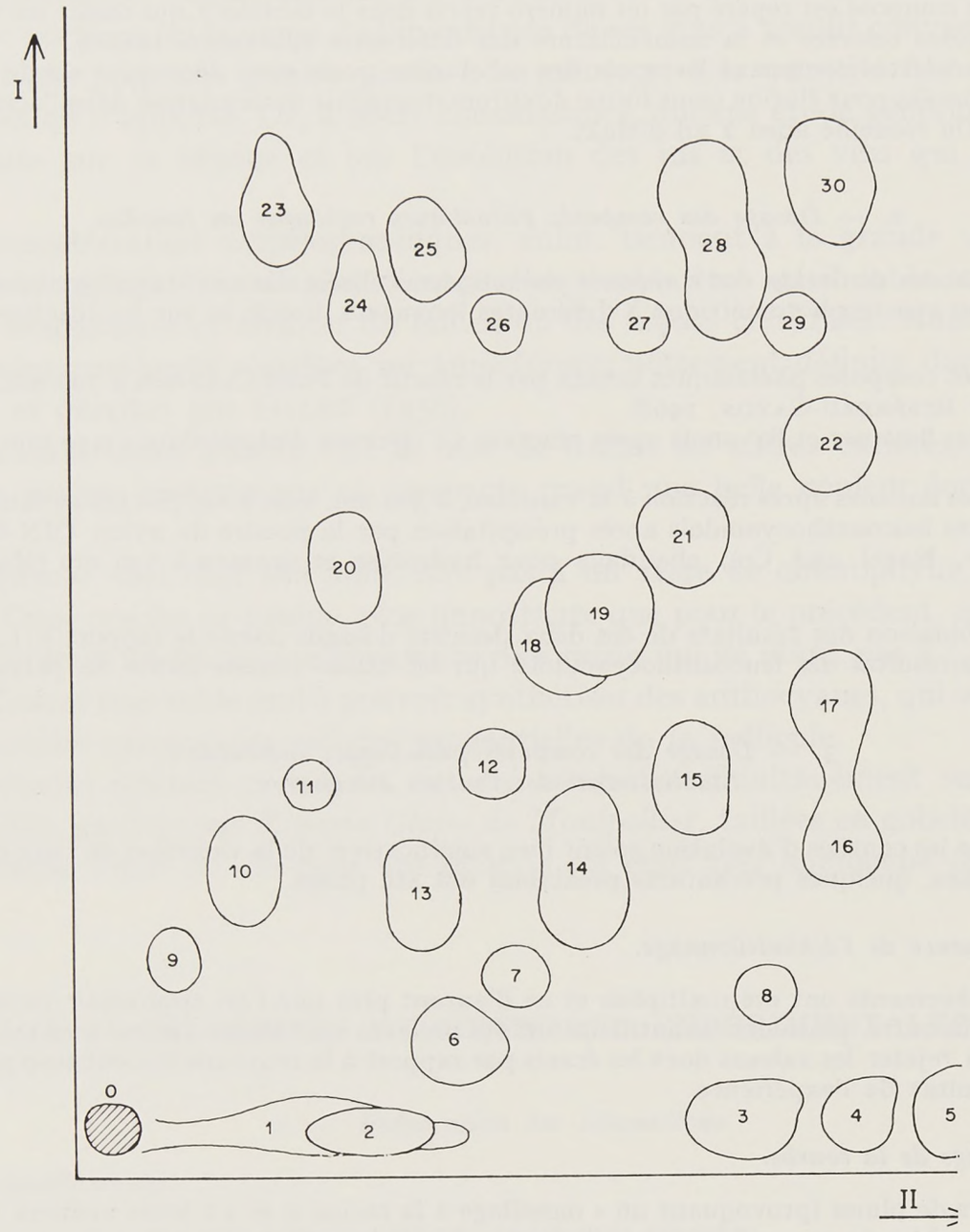


FIG. 1. — *Chromatogramme d'un extrait de pellicules de* Mauzac *rose* (papier)
⟶ I acide acétique à 2 p. 100
⟶ II phase supérieure du mélange butanol-acide acétique-eau (4/1/5).

e) *Établissement des courbes.*

Pour rendre les courbes comparables entre elles, nous les avons toutes exprimées en « densité optique au réactif de Folin-Ciocalteu. » Après correction et lissage, l'établissement de la courbe pose parfois des problèmes particuliers dont voici deux exemples.

Évolution de l'acide monocaféyltartrique.

Il est curieux de constater que, au cours de sa disparition progressive du 15 août à la maturité (fig. 4), cette substance présente un sursaut comme si les conditions provoquant sa disparition s'inversaient tout à coup. La possibilité de trouver deux isomères de ce composé dans le raisin

TABLEAU I

Caractéristiques et nature des produits séparés par chromatographie d'un extrait de pellicules de Mauzac *rose*

Spot n°	Valeurs de Rf				Réactions colorées				Produit
	Eau	Acide acétique		BAE	Coul.	U. V.	U. V. + ammon.	Div.	
		2 p. 100	15 p. 100						
				Acides phénols					
16	0,20	0,20	0,45	0,80	—	bleu	bleu	(1)	ac. *trans*-caféïque
17	0,40	0,60	0,35	0,80		bleu	bleu	(1)	ac. *cis*-caféïque
28	0,84	0,74	0,86	0,64		bleu			ac. monocaféyltartrique
30	0,88	0,80	0,90	0,85		bleu			
22	0,72	0,62	0,78	0,90		—			
23	0,93	0,15	0,90	0,85		—			ac. quinique
				Flavonoïdes					
4	0,00	0,01	0,07	0,82		jaune	jaune	(2)	flavone
3	0,00	0,05	0,05	0,66	jaune	jaune	jaune	(2)	quercétol
14	0,08	0,17	0,38	0,58		brun	jaune	(2)	quercétol-3-monoglucoside
15	0,11	0,22	0,46	0,68		brun	jaune	(2)	kaempférol-3-monoglucoside
13	—	0,19	0,32	0,45		brun	jaune	(2)	myricétol-3-monoglucoside
10	0,25	0,23	—	0,20	rose	—	—		monogluc. du malvidol
9	—	0,15	—	0,15	mauve	—	—		monogluc. du pétunidol
11	—	0,30	—	0,25	rose	—			monogluc. malvidol acylé
				Tanoïdes					
2	0,01	0,02	0,05	0,35	—	—	rose		acide ellagique
18	0,38	0,42	0,66	0,50	—	—	—		D-catéchine
21	0,50	0,51	0,75	0,68	—	—	—		leucoanthocyane
0	0,00	0,00	0,00	0,00	brun	brun	gris		produits d'oxydation (?)
19	0,42	0,45	0,68	0,61	—	—	—	(3)	acide gallique
1	0,00	0,00	0,00	0,20	brun	gris	gris		produits condensés (?)
6	0,03	0,06	0,14	0,35	—	—	—	(3)	ac. *m*-digallique (?)
12	0,25	0,32	—	0,42	—	bleu	bleu	(3)	gallo-catéchine (?)
20	0,60	0,55	0,55	0,30	—	bleu	bleu		épicatéchine (?)
27	0,83	0,71	—	0,60	—	—	bleu	(4)	leucoanthocyane (?)
				Inconnus					
5	0,00	0,01	0,03	0,95	—	blanc	blanc		—
7	0,03	0,10	—	0,40	—	—	jaune		—
8	0,05	0,10	—	0,72	—	—	blanc		—
29	0,79	0,72	0,82	0,80	—	—			—
26	0,78	0,71	0,84	0,42	—	—	bleu		—
25	—	0,78	—	0,35	—	bleu	blanc		—
24	—	—	—	0,20					—

Réaction colorée à : (1) $NaBH_4$, (2) $AlCl_3$, (3) KCN, (4) a. *p*-toluène sulfonique. Identification après hydrolyses acides et alcalines et comparaison avec des témoins.

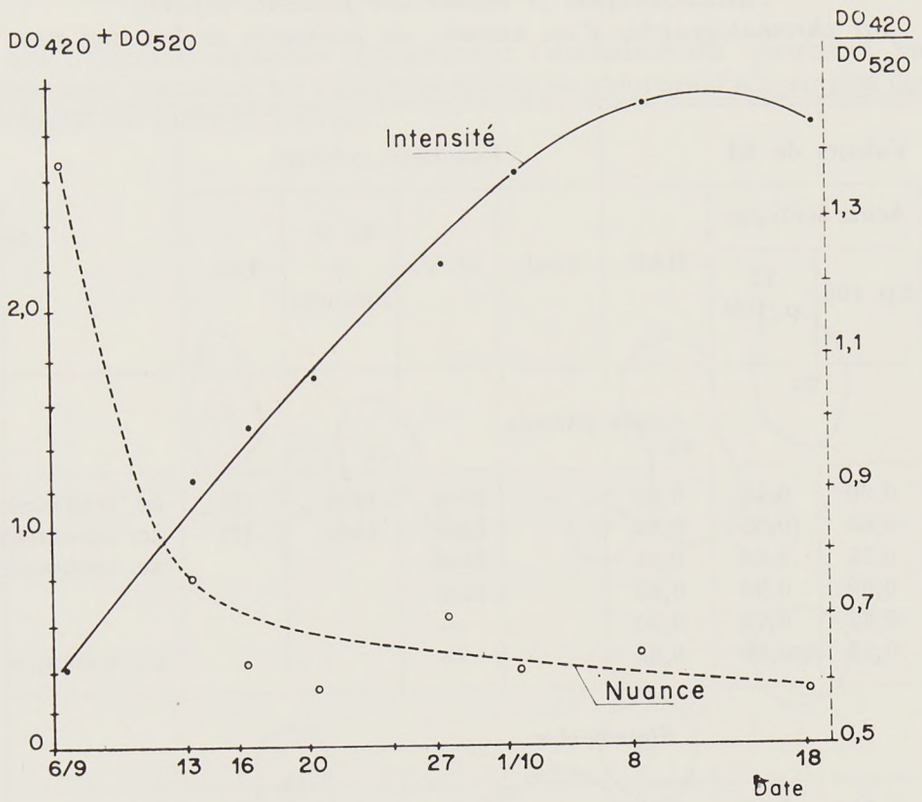


FIG. 2. — *Évolution des anthocyanes dans les pellicules de* Mauzac *rose.*

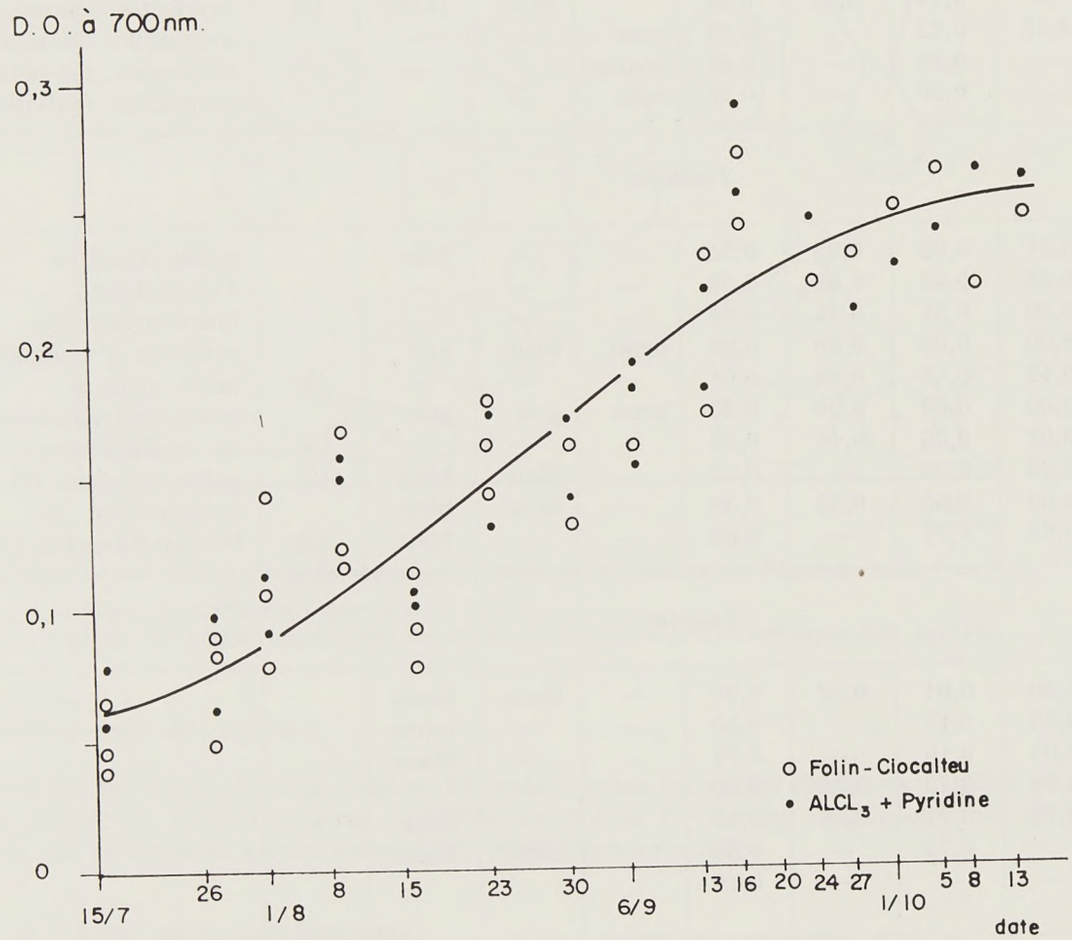


FIG. 3. — *Évolution du quercétol monoglucoside-3 dans les baies entières de* Mauzac *blanc.*

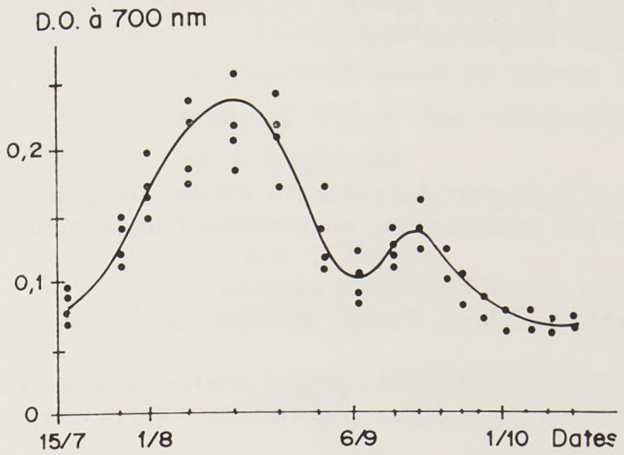


FIG. 4. — *Évolution de l'acide monocaféyltartrique dans les baies entières de* Mauzac *vert.*

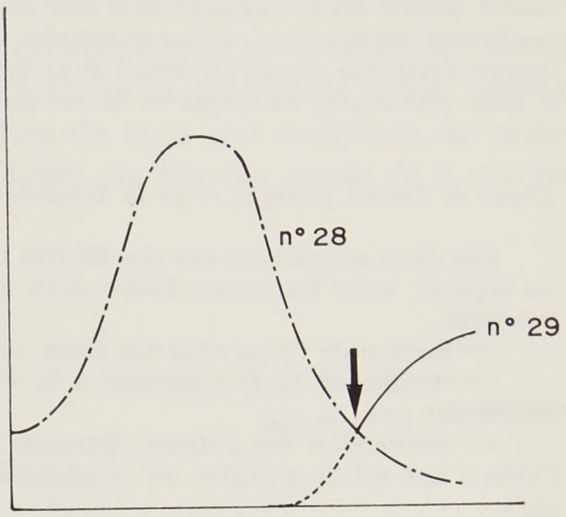


FIG. 5. — *Évolution des spots 28 et 29.*

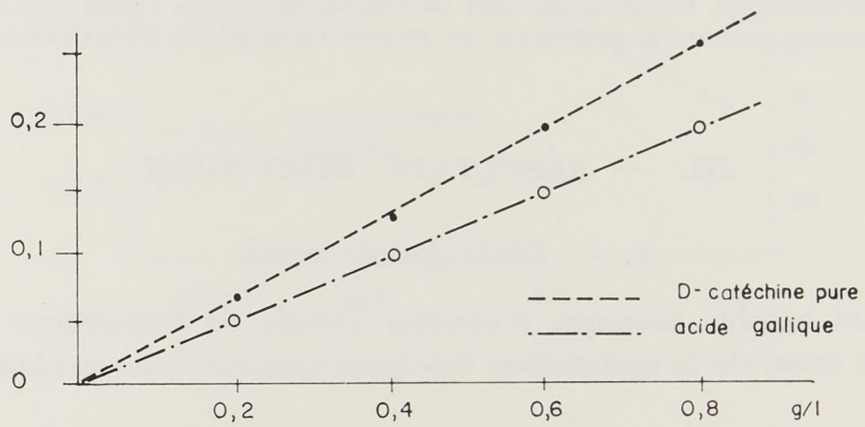


FIG. 6. — *Densités optiques au réactif de Folin-Ciocalteu en fonction des concentrations de D-catéchine et d'acide gallique.*

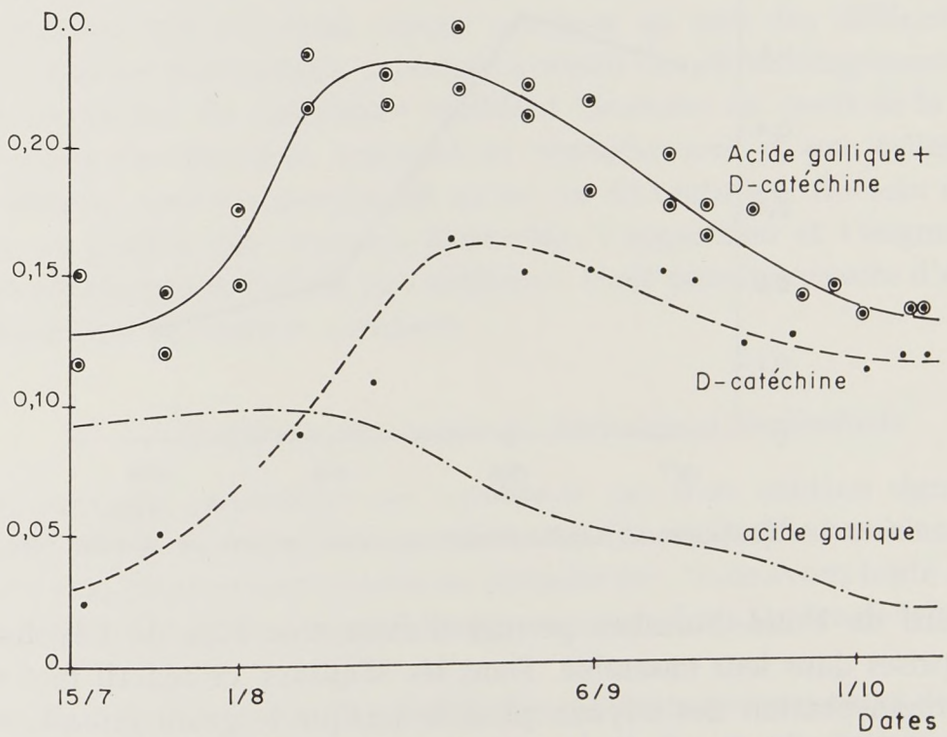


FIG. 7. — *Évolutions respectives de l'acide gallique et de la D-catéchine.*

faisait penser qu'il s'agissait là d'une courbe enveloppe de deux courbes de Gauss. En fait, de meilleures séparations chromatographiques et l'étude du spot n° 29 voisin ont montré que ce dernier était mal séparé au début de sa synthèse et que les éluats obtenus contenaient un mélange d'acide monocaféyltartrique et de substance donnant le spot 29 (fig. 5).

Étude de l'acide gallique et de la D-catéchine.

Ces deux substances ont des Rf très voisins avec la plupart des solvants utilisés. Ne pouvant les séparer, nous les avons dosées dans le mélange par soustraction, en procédant de la manière suivante :

— dosage de l'ensemble des deux substances au réactif de Folin-Ciocalteu ;

— dosage de la D-catéchine à la vanilline chlorhydrique, l'acide gallique du mélange ne réagissant pas ;

— conversion des valeurs obtenues à la vanilline en « densité optique Folin-Ciocalteu » à l'aide d'une solution-étalon de D-catéchine, les abaques de la figure 6 permettant cette conversion ;

— soustraction entre les valeurs obtenues ; les chiffres ainsi calculés permettent de dresser la courbe d'évolution de l'acide gallique (fig. 7).

Des écueils sont à éviter lorsqu'on utilise cette méthode : approximation de la troisième courbe due au lissage des deux premières, fidélité de la conversion en densités optiques avec un étalon de D-catéchine synthétique, influence du spot de leucoanthocyanes voisin lors des mesures à la vanilline... Les tests au cyanure de potassium ont montré l'exactitude de la courbe d'acide gallique obtenue.

III. — RÉSULTATS. DISCUSSION

1. — *Étude globale rapide*

La manière la plus classique d'aborder l'étude de l'évolution des composés phénoliques au cours de la maturation des baies consiste à les grouper par familles (fig. 8 et 9).

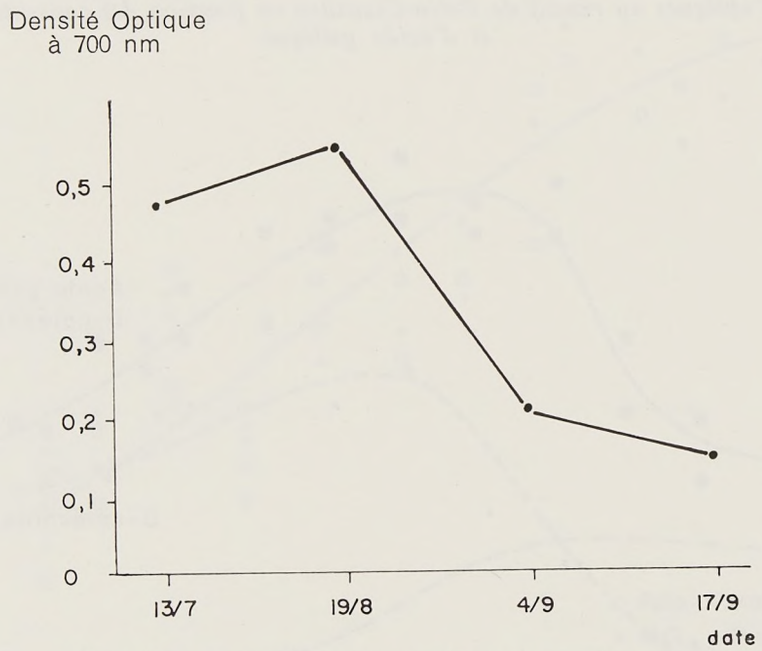


Fig. 8. — *Évolution des tanins totaux des baies entières de* Mauzac *rose.*

Le réactif de Folin-Ciocalteu permet d'avoir une idée de l'évolution de ces substances prises dans leur ensemble. Dans les *Mauzacs*, ce réactif met en évidence une légère augmentation des noyaux phénols lorsque le grain grossit, suivie d'une très forte diminution de la véraison à la maturité.

La vanilline chlorhydrique (V) permet de la même manière de montrer une diminution constante de l'ensemble des substances groupées sous le vocable de tanins catéchiques ; la fixation des leucoanthocyanes (LA) sur la poudre de nylon, suivie d'un chauffage, permet aussi de suivre la variation du taux des composés de cette famille. Le rapport V/LA des composés phénoliques du *Mauzac* passe de 0,210 en juillet à 0,071 à maturité.

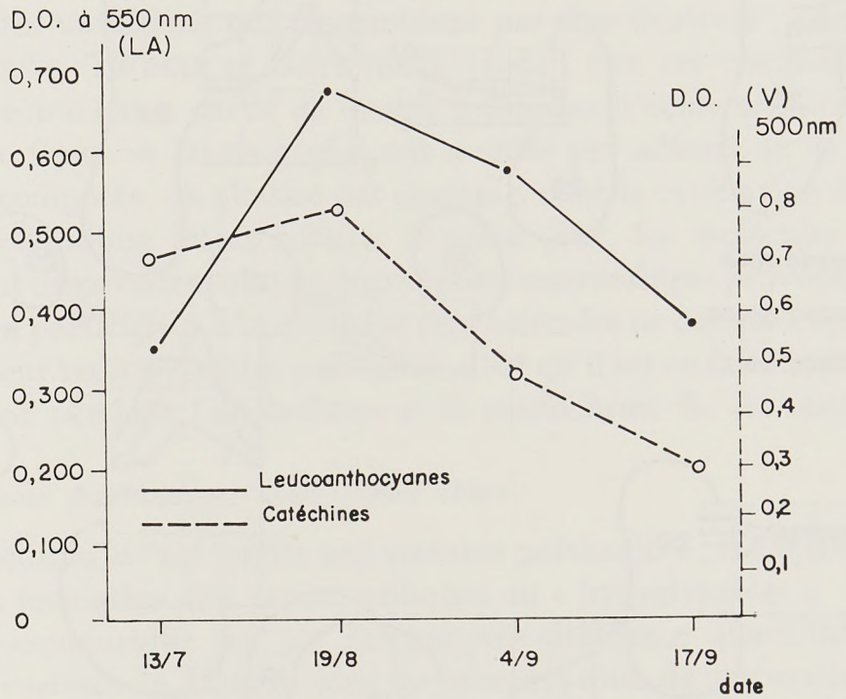


Fig. 9. — *Évolution des flavanes dans les baies entières de* Mauzac *rose.*

Ces méthodes globales donnent pour le *Mauzac* des résultats qui rejoignent ceux obtenus par Goldstein et Swain (1963), Ribéreau-Gayon (1964) ou par Peri (1967) sur la maturation des différentes baies. Mais ces résultats ne traduisent pas les variations quantitatives qui affectent chaque composé au sein des différentes familles. Pour ne citer que les flavonoïdes, le simple examen des chromatogrammes successifs montre que les taches de catéchines semblent diminuer au cours de la maturation, tandis que celles des flavonols augmentent régulièrement et que celles des anthocyanes du *Mauzac* rose n'apparaissent qu'en fin de maturité. Au sein des flavonols eux-mêmes, on perçoit une certaine hiérarchie, l'apparition et l'augmentation des spots qui les représentent n'étant pas uniforme. Il est donc nécessaire d'étudier séparément l'évolution de chaque composé.

2. — *Évolution des composés phénoliques individuels*

Chaque composé phénolique est représenté par trois courbes significatives de son évolution dans le *Mauzac* rose (courbe en trait fort), le *Mauzac* blanc (courbe en pointillé fort) et le *Mauzac* vert (courbe en pointillé fin). Nous avons tenté d'interpréter le sens de ces évolutions, les composés étant examinés dans l'ordre de leur complexité croissante.

Nous avons réuni (fig. 10) l'ensemble des résultats commentés ci-dessous. Sur ce chromatogramme sont figurées, près de chaque tache, les évolutions du composé

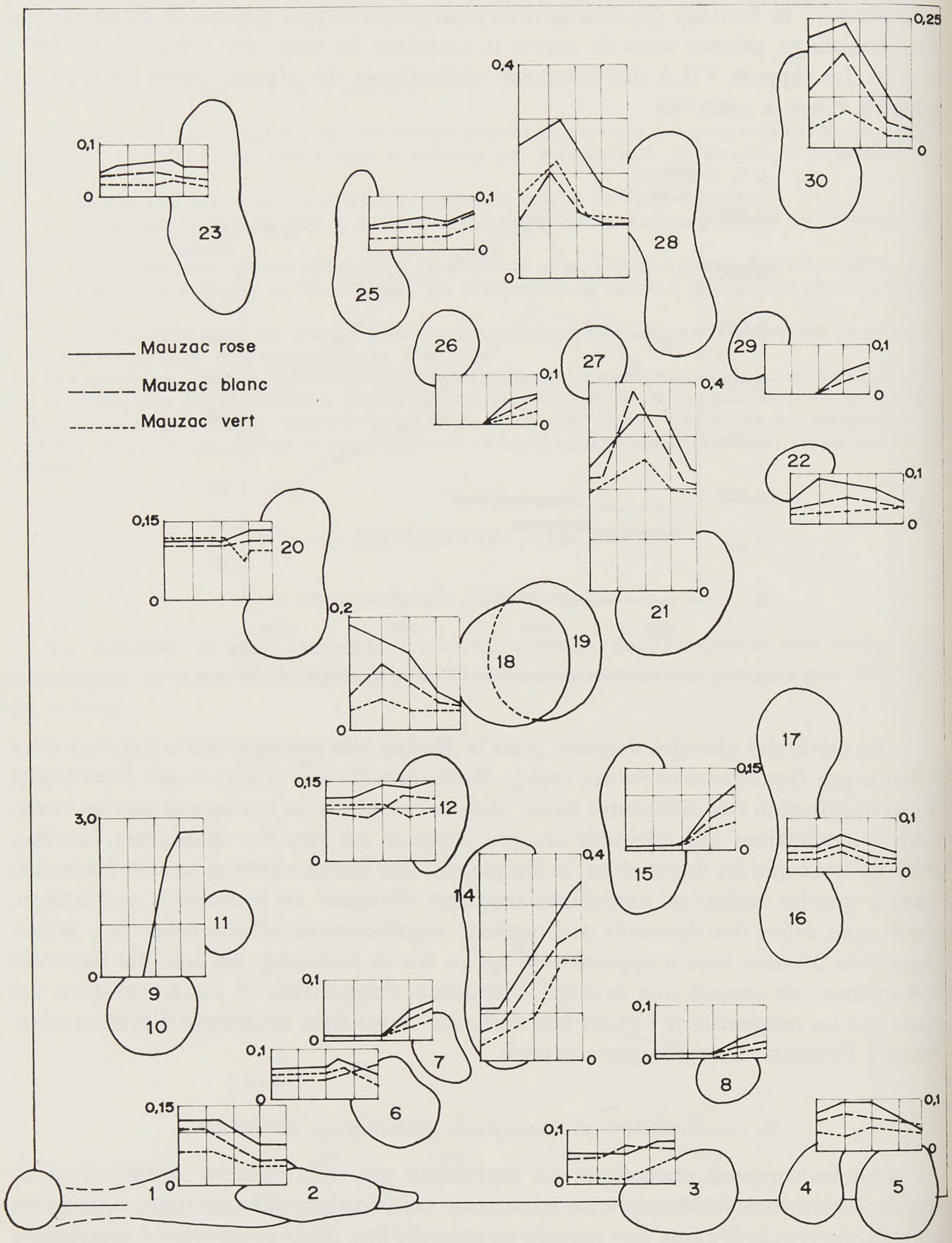


FIG. 10. — *Évolution comparative des différents composés phénoliques dans les trois variétés de* Mauzac

considéré dans une grille qui porte en abcisses 4 segments (de gauche à droite les mois de juillet, août, septembre et octobre), en ordonnées les unités de densité optique au réactif de Folin-Ciocalteu. Dans le texte, les numéros des spots suivent le nom de chaque composé.

a) *Acides-phénols simples sous forme libre.*

L'acide *p*-coumarique (n° 22), l'acide quinique (n° 23) et l'acide caféique (n° 16-17) subissent des variations qui ne semblent pas significatives ; on sait, depuis les travaux de Birch, Thomas et Gatenbeck (1964), que ces composés peuvent être synthétisés directement à partir de quatre molécules d'acide acétique qui subissent une cyclisation. Conn et Davis (1964) ont montré par ailleurs qu'ils pouvaient provenir d'autres composés, du glucose par exemple, dont la cyclisation donne une molécule d'acide shikimique intermédiaire. D'autre part, les molécules de ces acides-phénols peuvent disparaître soit par dégradation enzymatique provoquant l'ouverture du cycle, soit en participant à la synthèse des molécules de composés phénoliques plus complexes. Si leur taux ne semble pas varier, c'est qu'il est en fait le reflet des réactions qui se déroulent pendant l'anabolisme et le catabolisme de ces composés.

b) *Acides-phénols particuliers sous forme libre.*

L'acide gallique (n° 19) mérite une mention particulière ; il disparaît en effet pour participer à la formation des tanins galliques ou « hydrolysables ».

L'acide *p*-coumarique (n° 30) marque une différence quantitative assez nette entre les trois variétés de *Mauzac* dans les premiers mois de maturation. Son chaînon oxycarboné latéral le rend apte vraisemblablement à participer directement à la synthèse des flavonoïdes par fixation d'un noyau phénol en C_1.

L'acide monocaféyltartrique (n° 28) présente une évolution assez semblable à celle du composé précédent. Sa synthèse se fait aux dépens d'acides-phénols simples ; elle peut être identique à celle décrite par Levy et Zucker (1960) au sujet d'un composé très voisin avec lequel il est facile de le confondre, l'acide chlorogénique. Chaque fois qu'une molécule de ce composé est synthétisée, une molécule d'acide caféique disparaît, en même temps d'ailleurs qu'une molécule d'acide tartrique.

c) *Les flavonols.*

Les flavones (n° 4 et 5) et flavonols aglycones (n° 3) ne se rencontrent qu'à l'état de traces ou présentent des variations peu significatives.

Les flavonosides, au contraire, subissent des variations importantes. Ribéreau-Gayon (1964) rappelle les trois processus de synthèse possibles : les deux noyaux phénols sont formés au cours de la synthèse, ces deux noyaux existaient déjà dans les précurseurs, mais à un état d'oxydation différent, ou bien la molécule de départ est un autre flavonoïde.

Le myricétol monoglucoside-3 n'a pu être suivi régulièrement car on ne le rencontre qu'à l'état de traces dans le *Mauzac* rose.

Le quercétol monoglucoside-3 (n° 14) a une teneur qui augmente très fortement au cours de la maturation des *Mauzacs*. Le kaempférol monoglucoside-3 (n° 15) suit la même évolution, mais il apparaît assez tardivement. La vitesse de production de ces deux derniers flavonols diminue en fin de maturation, car ils peuvent alors soit

subir une dégradation plus intense, comme celle rencontrée dans *Aspergillus flavus*, la quercétinase et l'estérase provoquant l'ouverture du chaînon en C_3 et l'éclatement de la molécule de quercétol en deux acides-phénols simples, soit participer à la formation de polymères tanoïdes par condensation de leurs molécules.

d) *Autres flavonoïdes.*

Les anthocyanes (n° 9, 10 et 11) marquent, comme les flavonols, un net fléchissement en fin de maturité. La chute des feuilles met les grappes de *Mauzac* rose sous l'action directe des agents climatiques qui accélèrent vraisemblablement leur dégradation.

L'évolution des leucoanthocyanes (n° 21 et 27) est encore plus significative ; leur taux augmente très fortement pendant la phase de synthèse, puis s'écroule littéralement en septembre. On sait que ces substances sont très polymérisables (on ne rencontre que peu de monomères dans les vins) et qu'elles participent à la formation des tanins.

La D-catéchine (n° 18) présente la même évolution avec les phases de synthèse puis de dégradation ou de polymérisation.

Ces deux derniers composés nous amènent tout naturellement à l'étude des tanins dont ils sont les principaux précurseurs.

e) *Les composés tanoïdes.*

L'acide ellagique ou l'acide *m*-digallique (n° 6) sont les plus simples de ces tanoïdes que nous ayons rencontrés dans le *Mauzac*, formés à partir de molécules élémentaires d'acide gallique (Ribéreau-Gayon, 1968).

Le gallocatéchine gallate (n° 12) en est un autre exemple.

Nous n'avons pu suivre que ces deux composés ; leur variation semble peu significative. L'explication en est donnée par l'étude de la variation des autres tanoïdes. Ils se trouvent tous localisés, sur le chromatogramme, dans la tache n° 1, car la taille de leur molécule ne leur permet pas de migrer convenablement dans les solvants utilisés. Or les éluats obtenus de ce spot laisseraient supposer que le taux de composés tanoïdes diminue au cours de la maturation (n° 1). En fait, comme nous l'avons vu lors de l'étude globale, la polymérisation des composés phénoliques est continue. La diminution de leur taux est due au fait qu'ils sont de moins en moins extractibles.

Nous atteignons là la limite de notre méthode expérimentale ; elle permet d'étudier chaque composé séparément et est donc, par essence, destinée à l'étude des monomères.

IV. — CONCLUSIONS

Lorsqu'on examine parallèlement l'évolution de l'ensemble des composés phénoliques dans chacune des variétés de *Mauzac*, telles que nous les avons suivies en 1967, 1968 et 1969 (fig. 10), on peut faire des remarques quant à la valeur de ces trois clones.

On observe immédiatement que la courbe en trait plein couvre toujours les deux autres ; le *Mauzac* rose contient de façon constante le taux le plus élevé de tous les composés phénoliques étudiés.

Du point de vue physiologique, cette sous-variété de *Mauzac* est donc celle qui a le meilleur potentiel de synthèse des composés phénoliques. Ce fait était évident en ce qui concerne les anthocyanes, mais ce travail a montré qu'il concerne toutes les substances de la famille des phénols.

Du point de vue technologique, le *Mauzac* n'a pas assez d'anthocyanes pour permettre à lui seul de donner des vins rosés, mais il y en a trop pour que ses vins blancs puissent profiter de la mention « blanc de blancs » (DUMAZERT, 1971).

Du point de vue œnologique, toutes les variétés de *Mauzac* donnent des vins sensibles à la madérisation. Le *Mauzac* rose et, à un degré moindre, le *Mauzac* blanc vont apporter un excès de composés phénoliques oxydables. Le *Mauzac* vert va limiter ce risque.

On peut donc, à ce stade, tirer deux séries de conclusions.

Les premières concernent la sélection du *Mauzac*. Ayant mis en évidence les inconvénients du *Mauzac* rose, il reste à effectuer une sélection sur le *Mauzac* blanc et surtout le *Mauzac* vert. Cette sélection clonale devra tenir compte non seulement des éléments classiques retenus lors de ces opérations (résistance aux maladies, rendement, résistance aux accidents climatiques, affinités avec le porte-greffe...), mais aussi et surtout des éléments qualitatifs concernant, entre autres, l'étude de l'arsenal polyphénolique de ces clones.

Les secondes concernent l'époque de la vendange. La figure 10 montre que, juste avant la maturité industrielle, les taux de nombreux composés phénoliques subissent une diminution. Ce phénomène est dû à une dégradation « sur pied », ce qui revient à dire que le premier acte de la dégradation du vin, qui sera ensuite très sensible à la madérisation, se déroule avant la cueillette du raisin. Une cueillette plus précoce de cinq à huit jours peut donc permettre d'avoir une plus-value qualitative importante pour le vin à obtenir, sans commune mesure avec la légère perte qui sera provoquée sur le degré alcoolique.

La suite de notre travail, portant sur l'extraction sélective de ces composés au cours du pressurage du raisin, sur l'action des levures et sur le vieillissement des vins de *Mauzac* a montré (DUMAZERT, 1971) que de ce taux de départ dans le cépage d'origine dépendaient très fortement la tenue des vins qui en étaient issus.

Reçu pour publication en mai 1973.

SUMMARY

EVOLUTION OF THE PHENOLIC COMPOUNDS DURING MATURATION OF A WHITE *VITIS VINIFERA* : *MAUZAC*

The global study of phenolic compounds, by family, being insufficient for discerning the qualitative variation of the rate of these compounds, it was decided to observe them one by one during the maturation of three clearly defined clones of *Mauzac*. In this way it was possible to show :

— a series of « cascade » syntheses, the phenol-acids with the simplest molecule could be forerunners in the synthesis of diphenols, then polymerized macromolecules, grouped under the term « tanoids » ;

— correlatively, during maturation, a contrary evolution occurs due to degradations by simplification of the molecules of phenol compounds ;

— the intensity of these two series of phenomena varies according to the *Mauzac* clones. Rose *Mauzac*, the only one to synthesize anthocyanins, has an excess of phenol compounds ; on the contrary, it will be interesting to carry out clonal selections of white *Mauzac* and particularly green *Mauzac*, which are poorer in oxidizable phenol compounds and therefore capable of giving wines resistant to maderization.

RESUMEN

EVOLUCIÓN DE LOS COMPUESTOS FENOLICOS DURANTE EL TRANSCURSO DE LA MADURACION DE UN *VITIS VINIFERA* BLANCO : EL *MAUZAC*

El estodio global por familias de compuestos fenólicos se revela insuficiente para poder apreciar la variación cualitativa del contenido de estos compuestos, motivo por el cual se ha optapo por seguirlos uno por uno durante el transcurso de la maduración de tres clones de *Mauzac* perfectamente definidas. De este modo se ha podido hacer resalter :

— que es posible percibir una serie de síntesis « en cascada », pudiendo los ácidos-fenoles de molécula más simple servir de precursores en la síntesis de los difenoles y, acto seguido, de las macromoléculas polimerizadas, agrupadas bajo el vocable de « tanoides » ;

— que, correlativamente, durante el transcurso de la maduración se produce una evolución contraria originada por simplificación de las moléculas de compuestos fenólicos ;

— que la intensidad de estas dos series de fenómenos es variable según los clones de *Mauzac*. El *Mauzac* rosado, único capaz de sintetizar los antocianos, presenta un exceso de compuestos fenólicos. Por el contrario, resultará interesante efectuar selecciones clonales de *Mauzac* blanco y sobre todo de *Mauzac* verde, más pobres en compuestos fenólicos y, por consiguiente, susceptibles de dar vinos que resistan a la maderización.

RIASSUNTO

EVOLUZIONE DEI COMPOSTI FENOLICI DURANTE LA MATURAZIONE DI UN *VITIS VINIFERA* BIANCO : IL *MAUZAC*

Poichè lo studio globale di composti fenolici per famiglie è risultato insufficiente per cogliere la variazione qualitativa del tasso di questi composti, si è deciso di osservarli uno per uno durante la maturazione di tre cloni di *Mauzac* nettamente definiti. E' stato cosi possibile mettere in evidenza che :

— era possibile osservare una serie die sintesi « in cascata ». Gli acidi-fenoli a più semplice molecola possono servire da precursori nella sintesi dei difenoli, poi delle macromolecole polimerizzate, raggruppate sotto il termine di « tannoidi » ;

— un'evoluzione contraria, dovuta a delle degradazioni per semplificazione delle molecole dei composti fenolici, avviene correlativamente durante la maturazione ;

— l'intensità di queste due serie di fenomeni varia secondo i cloni di *Mauzac*. Il *Mauzac* rosa, il solo che sintetizzi degli antociani, presenta un eccesso di composti fenolici ; sarà invece interessante eseguire delle selezioni di cloni di *Mauzac* bianco e in particolare di *Mauzac* verde più poveri di composti fenolici ossidabili e dunque suscettibili di dare dei vini resistenti alla maderizzazione.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Birch A. J., Thomas R., Gatenbeck S., 1964. In Harborne J. B., *Biochemistry of phenolic compounds*, 295-355, Academic Press, London.

Conn E., Davis B. D., 1964. In Harborne J. B., *Biochemistry of phenolic compounds*, 400-430, Academic Press, London.

DUMAZERT G., 1971. *Les substances phénoliques des raisins et des vins blancs de* Mauzac. Thèse, Université Paul Sabatier, Toulouse.

GALET P., 1958. *Cépages et vignobles de France*, vol. 3, 709, Imprimerie du Paysan du Midi, 34000 Montpellier.

GOLDSTEIN J., SWAIN T., 1963. Changes in tannins in ripening fruits. *Phytochemistry*, **2**, 371-383.

JURD L., 1962. In GEISSMAN T. A., *Biochemistry of flavonoid compounds*, chap. 5, 107-155, Pergamon Press, London.

LEVY C. C., ZUCKER M., 1960. In HARBORNE J. B., 1964, *Biochemistry of phenolic compounds*, chap. 10, 417, Academic Press, London.

MASQUELIER J., 1963. Dosage des leucoanthocyanes du vin blanc. Emploi de la poudre de polyamide. *Bull. Soc. Pharm. Bordeaux*, (102), 51-52.

PERI C., 1967. Évolution des polyphénols au cours de la maturation des raisins blancs. 2e *Symposium intern. Œnologie, Bordeaux*, 1-47, Institut national de la Recherche agronomique, Paris.

RIBÉREAU-GAYON P., 1964. Les composés phénoliques du raisin et du vin. II. Les flavonosides et les anthocyanosides. *Ann. Phys. vég.*, **6**, 211-242.

RIBÉREAU-GAYON P., 1968. *Les composés phénoliques des végétaux*, Dunod, Paris.

RÖMISCH H., 1959. Colorimetrische Bestimmung des Rutingehalts in Planzenextrakten und Präparaten mit Aluminiumchlorid in mit Eisessig-Pyridin gepufferter Lösung. *Pharmazie*, **15**, 33-38.

SAPIS J.-C., RIBÉREAU-GAYON P., 1968. Transformation des composés phénoliques au cours du brunissement des vins blancs. *Connais. Vigne Vin*, (4), 323-345.

SUDRAUD P., 1958. Interprétation des courbes d'absorption des vins rouges. *Ann. Technol. agric.*, 203-208.

SWAIN T., HILLIS W. E., 1959. The phenolic constituents of *Prunus domestica*. I. The quantitative analysis of phenolic constituents. *J. Sci. Food Agric.*, **10**, 63-68.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (2), 153-163.

RECHERCHES SUR L'AROMATISATION FRAUDULEUSE DES VINS DOUX NATURELS ET DES MISTELLES PAR LE CORIANDRE (*CORIANDRUM SATIVUM* L.) ET LE SUREAU (*SAMBUCUS NIGRA* L.)

C. BAYONOVE
avec la collaboration technique de R. RATIER

Station de Technologie des Produits végétaux,
Centre de Recherches, I. N. R. A.,
34060 Montpellier Cedex

RÉSUMÉ

Cette étude constitue une première démarche faite dans la recherche d'un protocole analytique permettant de déceler la fraude qui consiste à imiter l'arôme propre aux vins de *Muscat*. A cette fin, la graine de coriandre et la fleur de sureau sont ajoutées à des Vins Doux Naturels et des mistelles, dont les extraits au pentane sont ensuite analysés par chromatographie en phase gazeuse.

La méthode de dépouillement des résultats obtenus tient compte des différentes variantes possibles dans l'apport des aromatisants au cours de la fabrication des vins. Elle a permis de mettre en évidence quatre fractions volatiles non identifiées ; deux sont caractéristiques du sureau, une du coriandre et une commune aux deux. L'efficacité de la méthode pourrait être accrue par l'emploi de colonnes plus sélectives et l'analyse automatique des données chromatographiques.

Mots clés : *Muscat, Vins Doux Naturels, mistelles, arôme, fraude.*

INTRODUCTION

On sait qu'il est possible d'imiter avec plus ou moins de succès l'arôme propre aux vins de *Muscat* (*Vitis vinifera* L.). Cette fraude, peu courante mais avantageuse pour ceux qui la pratiquent, consiste à ajouter à un Vin Doux Naturel ou à un Vin de Liqueur neutre de goût des aromatisants, le plus souvent d'origine végétale, susceptibles d'apporter une note *Muscat*. Parfois aussi cette pratique est utilisée non pour faire une copie d'arôme mais pour renforcer un arôme naturel un peu déficient.

On conçoit dès lors que la recherche de l'aromatisant dans le vin, qui s'y trouve en très faible quantité et apporte un grand nombre de composés déjà présents, soit un problème uniquement qualitatif. La présence de celui-ci ne peut être décelée qu'à la condition de connaître une des substances qui le caractérise et qui n'interfère pas avec celles qui composent le produit primaire. C'est dans ce sens qu'ont été comprises la plupart des recherches faites pour déceler ce genre d'adultération. Un Vin Doux Naturel de *Grenache* (*Vitis vinifera* L.) aromatisé au coriandre peut se différencier d'un vin de *Muscat* par chromatographie sur plaque. On retrouve dans le vin fraudé la présence d'une tache qui n'existe pas chez le témoin (CORDONNIER, 1956). La sauge sclarée (*Salvia sclarea* L.) et le coriandre se caractérisent dans un vin de *Muscat* par la présence d'une fraction supplémentaire décelée par chromatographie en phase gazeuse (SPANYAR, KEVEI et BLAZOVICH, 1965). Cette fraction peut être attribuée à la sauge qui apporte de l'acétate de linalyle, qui ne se trouve pas à l'état naturel chez le *Muscat* (MATTA et ASTAGIANO, 1967). Parfois ce sont les impuretés introduites par l'aromatisant qui caractérisent celui-ci ; ainsi l'anthranylate de méthyle synthétique ajouté dans un jus de *Concord* est trahi par les impuretés qui l'accompagnent (BIDMEAD et KRATZ, 1966).

De ces travaux, qui permettent dans des cas bien particuliers de déceler l'aromatisation, il est difficile de dégager une méthode plus générale d'étude de ce problème, susceptible d'apporter suffisamment de preuves pour innocenter un vin suspecté d'être aromatisé. Différents cépages peuvent entrer dans la composition des Vins Doux Naturels et des mistelles et les aromatisants employés habituellement pour imiter les vins de *Muscat* sont nombreux ; les plus courants sont la fleur de sureau et la graine de coriandre. La sauge sclarée, la racine d'iris (*Iris florentina* L. et *Iris germanica* L.), l'ambrette (*Hibiscus abelmoschus* L.), les essences commerciales de ces divers végétaux, sont aussi utilisées. Les formules employées pour imiter le *Muscat*, plus ou moins heureuses, peuvent évidemment varier à l'infini. AUSTERWEIL (1946) préconisait pour imiter cet arôme l'acétate de linalyle, le linalol, l'ambretolide, la fleur de sureau. L'on peut constater que tous ces végétaux, employés depuis longtemps d'une façon empirique, sont tous riches en composés terpéniques, qui sont importants dans l'arôme du *Muscat* (BAYONOVE et CORDONNIER, 1971).

Cette étude, où nous essaierons plus spécialement de distinguer sans les identifier les composés caractéristiques apportés par le coriandre et le sureau dans les Vins Doux Naturels, constitue en fait une première démarche dans la recherche d'un protocole analytique qui tiendrait compte de toutes les variantes possibles et qui permettrait de mettre en évidence d'une façon certaine les substances susceptibles de modifier l'arôme apportées volontairement au cours de la fabrication.

A. — MÉTHODES EXPÉRIMENTALES

1. — *Préparation des mistelles, Vins Doux Naturels et extraits de coriandre et de sureau*

Des Vins Doux Naturels et des mistelles sont élaborés à partir de raisins provenant de trois cépages : *Muscat de Frontignan, Grenache, Maccabeu* (*Vitis vinifera* L.). Au mutage, le degré alcoolique est ramené à 20° d'alcool. Au total, nous avons donc préparé 6 vins témoins non frelatés et 24 vins aromatisés dont 12 par des graines de coriandre aux doses de 200 g/hl et 500 g/hl et 12 par la fleur sèche de sureau aux mêmes doses.

Après deux mois de macération avec les aromates, le vin est mis en bouteilles après clarification naturelle. Les extraits témoins des aromatisants sont préparés à partir de macérations dans des solutions alcooliques à 20° d'alcool éthylique de fleurs de sureau et de graines de coriandre, et faites dans les mêmes conditions que pour les vins.

2. — *Conduite de l'analyse*

a. *L'extraction.*

Un volume de un litre de vin est distillé dans un évaporateur rotatif sous vide. Le distillat est dilué 20 fois pour ramener le titre alcoométrique aux environs de 1°, puis est extrait au pentane suivant une technique déjà décrite (Bayonove et Cordonnier, 1971). Le solvant est éliminé par rectification ($t^0 = 35°C$) jusqu'à un résidu de 0,2 ml environ.

b. *Analyse chromatographique.*

L'appareil de chromatographie en phase gazeuse utilisé est un Aérograph 1 400 à ionisation de flamme, avec programmation linéaire de température, équipé d'un enregistreur Varian 20.

L'analyse est faite sur une colonne en acier inoxydable, 10 pieds, 1/8 de pouce, remplie de carbowax 20 M à 10 p. 100 sur chromosorb W, 80/100 mesh, lavé aux acides.

Les débits d'azote, d'hydrogène et d'air sont respectivement fixés à 25 ml/mn et 300 ml/mn. La température du four est programmée de 2°C/mn, de 135°C à 180°C. La température de l'injecteur est fixée à 180°C, celle du détecteur à 250°C. La vitesse du papier enregistreur est de 40 pouces à l'heure. La quantité de liquide injectée est de 2 μ l d'extrait pentanique pour des échantillons ramenés au volume approximatif de 0,2 ml.

c. *Analyse des données chromatographiques.*

La technique de calcul de l'indice d'une substance selon Kovats (1964) qui consiste à encadrer celle-ci par deux paraffines C_n et C_{n+2}, dont les temps de rétention sont respectivement plus petit et plus grand, est difficilement applicable lorsqu'il y a un nombre important de pics à codifier. Aussi avons-nous choisi la méthode de calcul proposée par Mestre et Soulie (1965) plus simple à mettre en œuvre pour comparer différents échantillons entre eux. Les courbes expérimentales donnant le logarithme du temps de rétention des hydrocarbures aliphatiques saturés C_{12} à C_{24} en fonction de leur nombre d'atomes de carbone restent parallèles et proches les unes des autres lors d'étalonnages de la colonne chromatographique dans le temps et se sont révélées suffisamment linéaires dans l'intervalle choisi, malgré la programmation de température, pour que les différences entre les logarithmes des temps de rétention de chaque hydrocarbure à n atomes de carbone ($\log t_{RC_n}$) et celui de l'un d'eux, $\log t_{RC_{18}}$ par exemple, restent constante : $\log t_{RC_n} - \log t_{RC_{18}} = K$. C'est donc la courbe de référence K fonction de l'indice I des hydrocarbures (nombre d'atomes de C multiplié par 100) qui est construite expérimentalement. Les hydrocarbures alipha-

TABLEAU I

Hydrocarbures ayant servi à la détermination des indices

Hydrocarbures	Indices	Logarithmes des temps de rétention, relatifs à l'octadécane
Dodécane (C_{12})	1 200	— 1,22
Tridécane (C_{13})	1 300	— 1,33
Tétradécane (C_{14})	1 400	— 1,46
Hexadécane (C_{16})	1 600	— 1,74
Octadécane (C_{18})	1 800	0
Eicosane (C_{20})	2 000	0,20
Docosane (C_{22})	2 200	0,36
Tétracosane (C_{24})	2 400	0,55

TABLEAU 2

Tableau de dépouillement des fractions caractéristiques de l'aromatisation

Sont reproduites ici les parties les plus caractéristiques d'un tableau général sur lequel figurent les résultats chromatographiques des extraits pentaniques des aromatisants, des 30 V. D. N. et mistelles, et des mélanges reportés. Seuls les mélanges de V. D. N. et mistelles ont été reportés ci-dessous.
Le signe + indique les fractions présentes qui n'ont pas été annulées.
Le signe —0— indique les fractions présentes mais annulées.

Indices	Coriandre (*Coriandrum sativum* L.)	Sureau (*Sambucus nigra* L.)	Mistelles		Vins Doux Naturels				Indices des substances de références
			Témoin *Muscat* + *Grenache* + *Maccabeu*	Témoin + Coriandre	Témoin + Sureau	Témoin *Muscat* + *Grenache* + *Maccabeu*	Témoin + Coriandre	Témoin + Sureau	
1362									
1370									
1378	——	—0—	—0—	—0—	—0—	—0—	—0—	—0—	
1386									
1393									
1400		+			+			+	
1408	—0—	——	—0—	—0—	——	—0—	—0—	——	Aldéhyde C_9
1414									
1422									
1429									
1436	—0—	—0—	—0—	—0—	—0—	—0—	—0—	—0—	1-Heptanol
1442									
1450									
1522	—0—	—0—	—0—	—0—	—0—	—0—	—0—	—0—	Linalol
1529									
1536		+							Alcool *n*-octylique
1543									
1550	——	—0—	—0—	——	——	trace	——	——	Acétate de linalyle
1558	+	+		+	+		+	+	Benzaldéhyde
1564									
1572									
1580									
1586	——	——	—0—	—0—	—0—	—0—	—0—	—0—	
1594									
1600	+	+		+	trace		+	trace	4-Terpinénol Undécanal
1608									
1616									
1623		+							
1631	—0—	—0—	—0—	—0—	—0—	—0—	—0—	—0—	Menthol Nonanol
1880	—0—	—0—	—0—	—0—	—0—	—0—	—0—	—0—	A. phényléthylique
1890									
1900									
1910									Aldéhyde myristique
1920	——	——	—0—	——	—0—	——	——	——	
1930		+							
1940	—0—	—0—	—0—	—0—	—0—	—0—	—0—	—0—	Dodécanol
1950									
1960		+			+			+	*O*-crésol
1970	—0—	——	—0—	—0—	—0—	—0—	—0—	—0—	
1980	+								
1990	—0—	—0—	—0—	—0—	trace	—0—	—0—	trace	
2000	—0—	—0—	trace	—0—	—0—	—0—	—0—	—0—	Éthyl gaïccol

tiques saturés à partir du dodécane (C_{12}) jusqu'au tétracosane (C_{24}) sont chromatographiés en mélange, plusieurs fois, de façon à obtenir leur temps de rétention moyen. Puis pour chacun d'eux on calcule la valeur des logarithmes des temps de rétention moyens, relatifs à l'octadécane (C_{18}) ; cet hydrocarbure a été choisi car il n'interfère pas avec les autres composés présents dans le mélange, ce qui permet de l'ajouter dans les extraits avant leur chromatographie. Les résultats obtenus, donnés à titre d'exemple dans le tableau 1, permettent de tracer un graphique indiquant en ordonnées les logarithmes des temps de rétention relatifs à l'octadécane et en abscisses les indices pour lesquels chaque hydrocarbure est caractérisé par son nombre d'atomes de carbone multiplié par le facteur 100.

Les extraits pentaniques des différents vins sont chromatographiés en présence d'octadécane (C_{18}). Ainsi, il est possible de calculer pour chaque chromatogramme les logarithmes des temps de rétention de chaque pic par rapport à l'octadécane (il y a environ une soixantaine de pics sur chaque chromatogramme). Les valeurs obtenues sont reportées sur la courbe de référence construite précédemment qui donne à 1 p. 100 près environ l'indice correspondant à chaque pic. Cet indice indique le rang de sortie d'une substance par rapport à une paraffine de nombre d'atomes de carbone donné.

La comparaison des chromatogrammes et le tri des fractions caractéristiques de l'aromatisation s'effectuent sur un tableau à double entrée sur lequel figurent en ordonnées les indices des pics et en abscisses les différents types de vin (tabl. 2). Lorsqu'un pic est présent avec le même indice dans les vins témoins et les vins aromatisés, il figure sur la même ligne du tableau et dans ce cas la ligne est annulée. Ainsi, par éliminations successives, il ne reste marqué sur le tableau que les pics, provenant des aromatisants, qui n'interfèrent pas avec ceux des vins témoins. Sur ce tableau figure aussi, en face des indices qui leur correspondent, un certain nombre de substances (64 au total) qui permettent de situer les diverses fractions volatiles des extraits par rapport à des produits connus et éventuellement de présumer de l'identité de certaines d'entre elles.

B. — RÉSULTATS ET CONCLUSIONS

1. — *Sur le plan organoleptique*

La dégustation de quelques vins par un jury de non spécialistes a permis de s'assurer que les aromatisants, aux doses employées, étaient très perceptibles. Le tableau 3, par exemple, présente quelques résultats de dégustation par « paires ». Les dégustateurs avaient à répondre à trois questions en portant leur jugement sur l'odeur (« sensation perçue par l'organe olfactif en flairant certaines substances volatiles ») et l'arôme (« sensations perçues par l'organe olfactif par voie rétronasale lors de la dégustation d'un aliment ou d'une boisson »). Nous y voyons que d'une façon générale l'aromatisation est bien ressentie, les différences d'odeur sont mieux perçues que les différences d'arôme. Les vins de *Muscat* et les vins aromatisés sont préférés, mais un vin de *Grenache* aromatisé au sureau est jugé aussi favorablement qu'un vin de *Muscat*.

Dans une autre dégustation où nous avons comparé plusieurs échantillons entre eux et pour lesquels nous avons demandé aux dégustateurs de noter l'intensité de l'arôme du *Muscat* selon une échelle de cotation numérique dans laquelle sont exprimés des degrés d'intensité (Depledt, 1965), l'arôme *Muscat* a été jugé plus fort dans un vin de *Grenache* aromatisé au sureau que dans un vin de *Muscat* pur.

2. — *Sur le plan analytique*

La complexité a été volontairement recherchée, puisque aux substances naturelles apportées par trois cépages différents s'ajoutent celles des deux aromatisants et celles dues à la fermentation, ce qui aboutit en définitive, et malgré des conditions

TABLEAU 3

Dégustation par « paires » de vins aromatisés par un jury de 14 dégustateurs

	1re dégustation		2e dégustation		3e dégustation		4e dégustation		5e dégustation	
	Mistelles		Mistelles		Mistelles		Mistelles		V. D. N.	
	1 Témoin *Muscat* (A)	2 Témoin *Grenache* (B)	1 Témoin *Muscat* (A)	2 *Grenache* (B) plus 200 g/hl de coriandre	1 Témoin *Muscat* (A)	2 *Grenache* (B) plus 200 g/hl de sureau	1 *Muscat* (A) plus 200 g/hl de sureau	2 *Grenache* (B) plus 200 g/hl de sureau	1 Témoin *Grenache*	2 *Grenache* plus 200 g/hl de sureau
Trouvez-vous une différence d'odeur entre les deux échantillons.....	oui	non	oui	non	oui	non	oui	non	oui	non
pour { Odeur	12	2	9	5	13	0	10	4	12	1
pour { Arôme	8	4	7	6	10	0	7	4	9	4
	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2
Quel est l'échantillon supérieur en intensité pour { Odeur ..	10	2	8	1	6	8	9	2	4	8
Quel est l'échantillon supérieur en intensité pour { Arôme ..	8	2	5	2	1	9	4	4	0	0
Quel échantillon préférez-vous pour { Odeur ..	10	1	4	3	6	6	7	4	3	7
Quel échantillon préférez-vous pour { Arôme ..	8	0	3	2	5	5	3	1	1	5

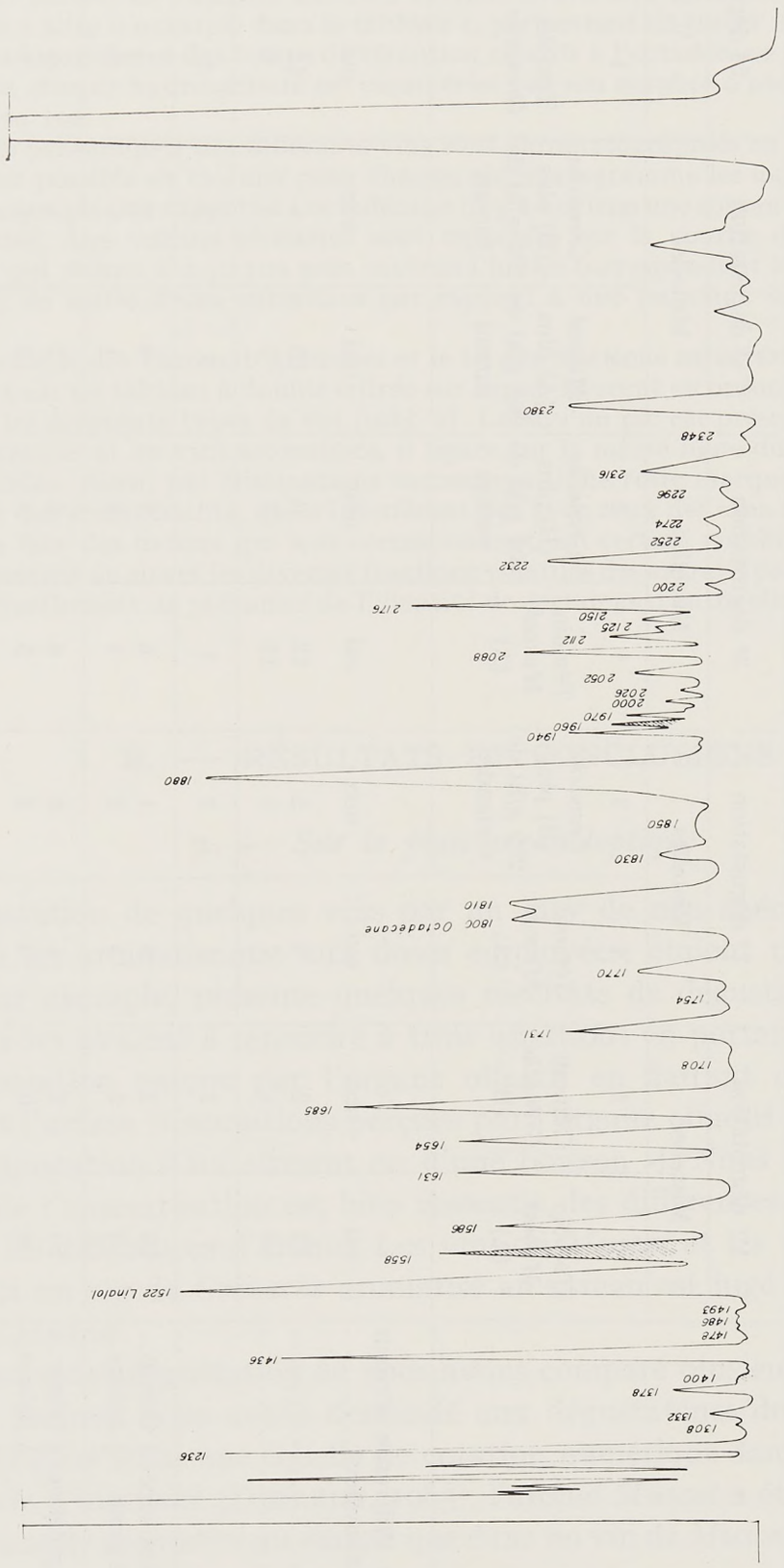

2380
2348
2316
2296
2274
2252
2232
2200
2176
2150
2125
2112
2088
2052
2026
2000
1970
1960
1940
1880
1850
1830
1810
1800 Octadecane
1770
1754
1731
1708
1685
1654
1631
1586
1558
1522 Linalol
1493
1486
1478
1436
1400
1378
1332
1308
1236

FIG. 1

chromatographiques peu sélectives, à l'apparition d'une cinquantaine de fractions individualisées sur les chromatogrammes (fig. 1). Il va de soi que dans ces conditions de nombreuses substances interfèrent encore entre elles et restent inséparables. La technique de tri qui a été adoptée a permis d'éliminer la plupart des fractions communes à tous les vins aromatisés ou non, pour n'en conserver que quatre qui apparaissent dans les seuls vins aromatisés. Deux, d'indices 1 400 et 1 960, sont caractéristiques du sureau, une, d'indice 1 600, est caractéristique du coriandre et une, d'indice 1 558, apparaît commune aux deux.

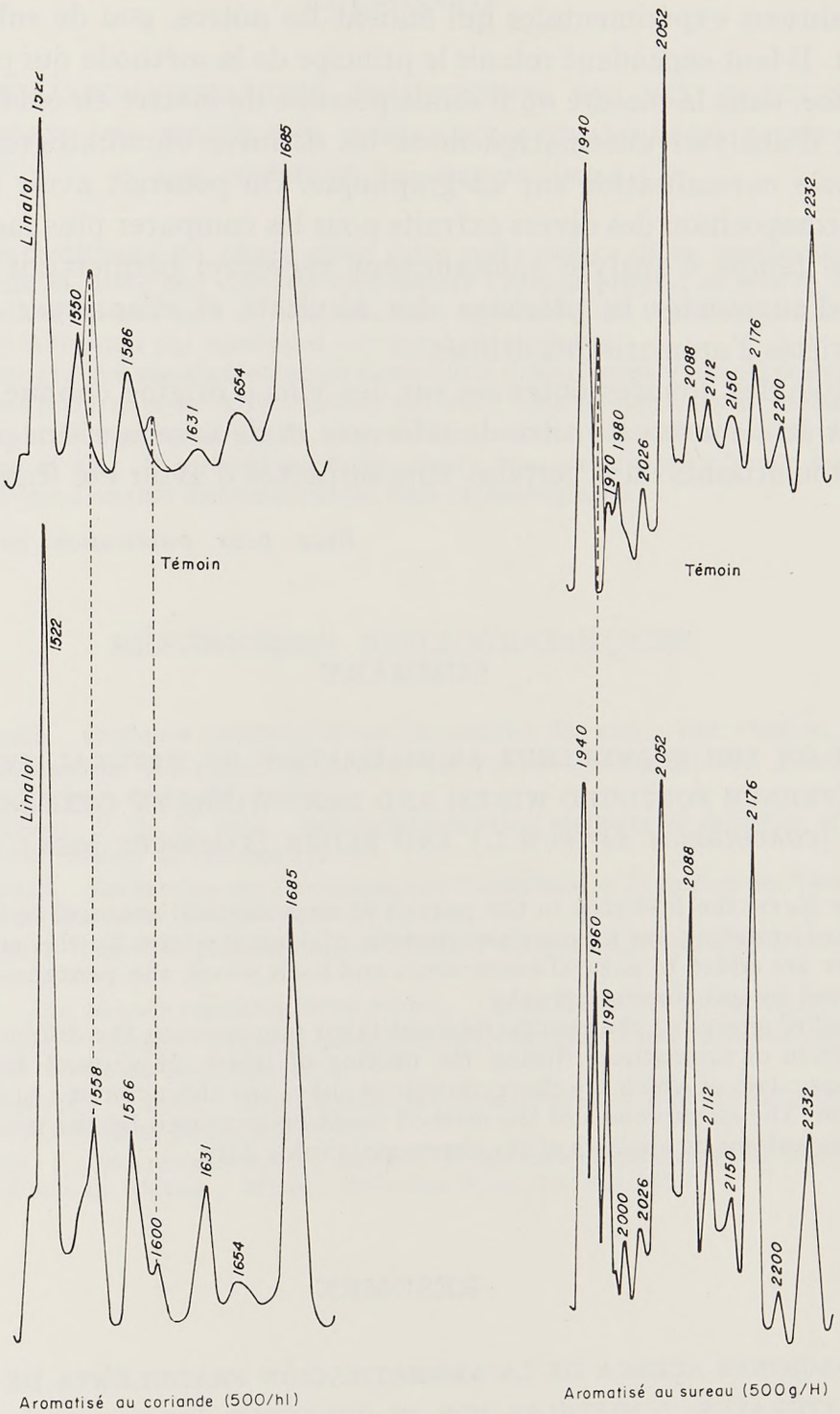


FIG. 2

L'identification de ces fractions n'a pas été recherchée. Mais remarquons que, parmi les substances connues chromatographiées dans les mêmes conditions, certaines présentent des indices identiques ou très proches ; il s'agit de l'aldéhyde C_9 (indice

1 408), l'acétate de linalyle et la benzaldéhyde (indice 1 550), le 4 terpinénol et l'undécanal (indice 1 600), l'*o*-crésol (indice 1 960). Le pic du linalol (ainsi que d'autres) est plus important dans les vins aromatisés au coriandre, mais cet accroissement de teneur ne peut servir à caractériser l'aromatisation qu'à la condition de posséder le vin témoin, ce qui est rarement le cas dans la pratique.

Comme on peut le voir sur les portions de chromatogrammes où se décèle l'aromatisation (fig. 2), les fractions en cause sont peu importantes et parfois difficilement séparées, d'autres toutes proches. En outre, il apparaît que les aromatisants montrent, dans les conditions expérimentales qui étaient les nôtres, peu de substances qui les caractérisent. Il faut cependant retenir le principe de la méthode qui pourrait se révéler très efficace, dans la mesure où il serait possible de mettre en évidence davantage de fractions, d'analyser automatiquement les données chromatographiques, de les visualiser après normalisation sur un graphique. On pourrait avoir une image plus exacte de la composition des divers extraits pour les comparer plus facilement et plus sûrement. Le temps d'analyse suffisamment raccourci permettrait d'effectuer des répétitions, d'augmenter la précision des résultats et d'analyser successivement toutes les variétés d'aromatisants utilisés.

L'ensemble des données obtenues sur des vins d'origine connue, aromatisés ou non, pourrait être conservé à titre de référence et de comparaison pour détecter la présence d'aromatisants dans certains vins suspectés d'avoir été fraudés.

Reçu pour publication en août 1973.

SUMMARY

RESEARCH ON THE FRAUDULENT AROMATIZATION OF NATURAL SWEET WINES (FRENCH FORTIFIED WINES) AND BASIS WINES BY CORIANDER (*CORIANDRUM SATIVUM* L.) AND ELDER (*SAMBUCUS NIGRA* L.)

This study forms the first step in the pursuit of an analytical protocol to disclose the fraud which consists of imitating the aroma characteristic of *Muscat* wines. To this end, coriander seed and elder flower are added to natural sweet wines and basis wines, the pentane extracts of which are then analysed by gas chromatography.

The method of analysing the results obtained takes into account the different variants possible in the addition of aromatizers during the making of wines. It showed four non-identified volatile fractions : two of which are characteristic of elder, one characteristic of coriander and one common to both. The effectiveness of the method could be increased by the use of more selective columns and the automatic analysis of the chromatographic data.

RÉSUMEN

INVESTIGACIONES ACERCA DE LA AROMATIZACIÓN FRADULENTA DE LOS VINOS DULCES NATURALES Y MISTELAS POR EL CILANTRO (*CORIANDRUM SATIVUM* L.) Y EL SAÚCO (*SAMBRICUS NIGRA* L.)

Este estudio constituye un primer planteamiento efectuado en la investigación de un protocolo analítico que permita poner de manifiesto el fraude que consiste en imitar el aroma propio de los vinos de *Moscatel*. Para este fin, la semilla de cilantro y la flor del saúco son añadidas a los Vinos

Dulces Naturales y las mistelas, cuyos extractos al pentano son analizados acto seguido por cromatografia en fase gaseosa.

El método de examen de los resultados obtenidos tiene en cuenta las distintas variantes posibles en la aportación de los aromatizantes durante el transcurso de la fabricación de los vinos. Este método ha permitido hacer resaltar cuatro fracciones volátiles no identificadas, de las cuales dos son características del saúco, una del cilantro y una común a ambos. La eficacia del método podría quedar incrementada por el empleo de columnas más selectivas y el análisis automático de los datos cromatográficos.

RIASSUNTO

RICERCHE SULL'AROMATIZZAZIONE FRAUDOLENTA DEI VINI DOLCI NATURALI E DEI MOSTI PER MEZZO DEL CORIANDOLO (*CORIANDRUM SATIVUM* L.) E DEL SAMBUCO (*SAMBUCUS NIGRA* L.)

Questo studio costituisce un primo passo fatto nella ricerca di un protocollo analitico che permetta di scoprire la frode che consiste nell'imitare l'aroma proprio ai vini di *Moscato*. A tal fine, il seme di coriandolo e il fiore di sambuco sono aggiunti a dei vini dolci naturali e dei mosti i cui estratti al pentano sono poi analizzati per gas-cromatografia.

Il metodo di spoglio dei risultati ottenuti tiene conto delle diverse varianti possibili nell'apporto degli aromatizzanti durante la fabbricazione dei vini. Esso ha permesso di mettere in evidenza quattro frazioni volatili non identificate ; due sono caratteristiche del sambuco, una del coriandolo e una comune ai due. Il metodo potrebbe essere reso ancora piú efficace con l'impiego di colonne più selettive e l'analisi automatica dei dati cromatografici.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Austerweil G., 1946. Quelques observations sur les parfums des vins. *Ind. Parfum*, **1**, 195-199.

Bayonove C., Cordonnier R., 1971. Recherches sur l'arôme du *Muscat*. III. Étude de la fraction terpénique *Ann. Technol. agric.*, **20**, 347-355.

Bidmead D. S., Kratz P. de C., 1966. Advanced analytical methods for detection of adulteration of flavours. *Cereal Sci. Today*, **11** (2), 486-492.

Cordonnier R., 1956. Recherches sur l'aromatisation frauduleuse et le parfum des Vins Doux Naturels et des Vins De Liqueur. *Ann. Technol. agric.*, **1**, 75-110.

Depledt M. F., 1965. Principes généraux des méthodes d'analyse subjective des flaveurs. *Ann. Nutrit. Aliment.*, **19**, A 141-A 161.

Kovats E., 1964. The Kovats retention index system. *Anal. Chem.*, **36** (8), 31 A-41 A.

Matta M., Astegiano V., 1967. Ricerca gascromatographia dell'essenza di *Salvia sclarea* nel *Moscato* d'Asti. *Riv. Vitic. Enol.*, **20** (4), 165-172.

Mestre R., Mme Soulie J., 1965. Identification par chromatographie gazeuse de l'arôme de framboise. *Bull. Soc. Pharm. Montpellier*, **25** (4), 239-255.

Spanyar P., Kevei E., Blazovich, 1965. Procédé de chromatographie en phase gazeuse pour déceler la falsification des vins de *Muscat*. *Mitteil., Rebe und Wein.*, (5), 262-266.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (2), 165-166.

CHRONIQUE DES LIVRES

RIBÉREAU-GAYON (J.), PEYNAUD (E.), SUDRAUD (P.), RIBÉREAU-GAYON (P.). — ANALYSE ET CONTRÔLE DES VINS. — Éditeur Dunod, Paris, 1972.

Le traité d'Œnologie publié sous la direction de J. RIBÉREAU-GAYON et E. PEYNAUD vient de s'enrichir d'un nouveau tome consacré à la chimie du vin. Cet ouvrage prend la place de celui édité en 1958 sous le même titre.

L'analyse des vins constitue une part importante du travail de l'œnologue, car c'est un moyen de surveillance extrêmement efficace. C'est de plus le critère objectif auquel toute expérimentation œnologique doit être soumise. Les expérimentateurs apprécieront de trouver réunies des méthodes de dosages éprouvées.

Le lecteur familier de l'édition antérieure reconnaîtra avec plaisir le plan auquel il est habitué. Il est donc sûr de retrouver facilement les renseignements dont il a besoin.

Cependant, il ne s'agit pas d'une simple reédition, l'ouvrage a été considérablement enrichi par les progrès faits ces quinze dernières années. La chromatographie en phase gazeuse donne lieu à un long développement pour l'analyse des composés volatils odoriférants. Le chapitre sur les composés phénoliques a été entièrement refondu. Un nouveau chapitre est consacré à l'analyse microbiologique des vins. Des méthodes enzymatiques sont proposées pour les nombreux constituants du vin.

Cet ouvrage sera précieux au technicien qui le gardera au laboratoire à portée de la main. Il y trouvera les explications qui lui permettront de comprendre le principe de la méthode ou de l'appareil utilisé. Il y trouvera aussi le mode opératoire décrit avec assez de détails pour qu'il n'ait aucune peine à le reproduire. C'est ainsi que la préparation des solutions titrées est indiquée, ce qui évite d'avoir recours à un ouvrage spécialisé. Les tables permettant de convertir les mesures en teneur de composés, alcool, extrait sec, ont été conservées. Il s'agit donc d'un manuel qui sera particulièrement précieux aux étudiants œnologues, même débutants.

On trouve aussi dans l'ouvrage les données nécessaires pour interpréter les résultats des analyses. Les auteurs indiquent les concentrations des diverses substances qui sont normales dans les vins et la signification des teneurs anormales. Les derniers chapitres concernant les vins altérés, la recherche du mouillage et des diverses falsifications, seront particulièrement utiles à l'expert pour la reconnaissance des vins anormaux.

Il faut souhaiter que les méthodes d'analyse sensorielle, indispensables elles aussi pour la connaissance des vins, trouvent leur place dans un autre volume du traité d'Œnologie.

Par l'importance de la documentation qu'il contient, ce traité constitue un guide à la fois théorique et pratique indispensable aux œnologues, chercheurs scientifiques, techniciens et praticiens. Il remplacera et complétera l'édition de 1958, livre de chevet de l'œnologue, souvent bien délabré après 14 ans de consultation permanente.

P. DUPUY

FIDLER (J.-C.), etc. — THE BIOLOGY OF APPLE AND PEAR STORAGE. — London, Commonwealth agricultural Bureaux, Research Review, n° 3, 1973, 235 p.

Cet ouvrage, consacré à la biologie de la conservation des poires et des pommes, comporte quatre parties.

La première traite des conditions de conservation et de la physiologie des fruits en fonction de ces conditions, du choix de la date optimum de la récolte, de la conservation par le froid en atmosphère libre et en atmosphère contrôlée, de la maturation après la période de conservation.

La seconde partie traite des désordres physiologiques : maladies de l'épiderme, maladies dues à des concentrations défavorables de gaz carbonique et d'oxygène, maladies des taches liégeuses (bitter-pit), des pommes aqueuses (water core).

La troisième partie est consacrée aux maladies dues à des champignons phytopathogènes.

La quatrième partie traite de l'influence des facteurs climatiques sur les vergers ainsi que des conditions agronomiques et de l'influence des divers traitements (anti-parasitaires ou régulateurs de croissance).

Chaque partie est suivie d'une longue bibliographie, au total 275 références.

J. L.

annales de technologie agricole

Trimestriel

1973

Vol. 22 . N° 3

INSTITUT NATIONAL DE LA RECHERCHE AGRONOMIQUE

Reproduction, même partielle, interdite sans autorisation des auteurs
et de l'Institut national de la Recherche agronomique
à l'exception des résumés

Conservation des grains récoltés humides
Preservation of wet harvested grains
Lagerung von feucht geerntetem korn

Éditeurs scientifiques :
J.-L. MULTON et A. GUILBOT

Ière PARTIE

Comptes Rendus du Symposium International sur la Conservation des Grains récoltés humides

tenu à Paris du 5 au 10 mars 1973
au Ministère de l'Agriculture et du Développement Rural

- **Le Symposium International « Conservation des grains récoltés humides »,**
- **The International Symposium « Preservation of wet harvested grains »,**
- **Das International Symposium « Lagerung von feucht geerntetem Korn »,**

- placé sous la Présidence d'Honneur de Monsieur le Ministre de l'Agriculture et du Développement rural,
- placed under the chairmanship of honour of the Minister of Agriculture and Rural Development,
- unter dem Ehrenvorsitz des Herrn Ministers für Landwirtschaft,

- et sous les auspices de :
- and under the auspices of :
- und unter der Aufsicht von :

— *la Délégation Générale à la Recherche Scientifique et Technique,*
— *l'Association Internationale de Chimie Céréalière* (*I.C.C.*)

- était organisé par
- was organized by
- was organisiert von

— *l'Institut National de la Recherche Agronomique*

- conjointement avec
- jointly with
- in Verbindung mit

— *la Direction de l'Aménagement Rural et des Structures du Ministère ;*
— *la Direction des Industries Agricoles et Alimentaires du Ministère ;*
— *l'Office National Interprofessionnel des Céréales ;*
— *l'Institut Technique des Céréales et des Fourrages ;*
— *le Centre national d'Étude et d'Expérimentation du Machinisme Agricole ;*
— *le Salon International de l'Agriculture et le Salon International de la Machine Agricole.*

PARIS

Mars
5-10 March 1973
März

AVANT-PROPOS

C'est à l'occasion du symposium international *Grain storage : part of a system*, tenu en juin 1971 à Winnipeg (Canada), que nous avions annoncé notre intention d'organiser en France, deux ans plus tard, un second symposium international sur la conservation des grains récoltés humides.

La manifestation organisée par nos collègues canadiens de l'université du Manitoba constituait en effet, à notre connaissance, la première réunion de caractère international ayant pour objectif de tenter de faire le point sur le problème, à la fois vaste et complexe, de l'entreposage des grains, dont les origines se confondent avec celles de l'humanité.

Et il faut rendre hommage aux spécialistes qui se sont ainsi efforcés de réaliser une synthèse de nos connaissances théoriques et pratiques sur différents aspects du stockage des grains et de leurs dérivés, et de dégager certaines voies de recherches pour l'avenir. La publication qui rassemble ces travaux, parue au début de 1973, constitue un ouvrage de référence de premier ordre pour les chercheurs et praticiens travaillant dans ce domaine.

Il nous était apparu indispensable de faire en sorte que le symposium de Winnipeg ne reste pas sans lendemain, mais représente au contraire le premier élément d'une série de rencontres internationales sur ce thème en pleine évolution.

En dehors du fait que Paris est généralement considéré comme un lieu privilégié pour des rencontres internationales, la France avait paru constituer un terrain d'accueil propice à une telle réunion, et cela à différents titres.

D'une part, au cours des dernières décennies, elle a dû faire face à un développement important de sa production céréalière, et, de ce fait, à des problèmes nouveaux de conservation de ses récoltes, tant pour sa consommation métropolitaine que pour ses exportations. La Délégation générale à la Recherche scientifique et technique, depuis plus de dix ans, a aidé à la réalisation de travaux importants dans le domaine du stockage des grains, en favorisant la concertation entre les chercheurs du secteur public — Institut national de la Recherche agronomique (I. N. R. A.) et Centre d'Études et d'Expérimentation du Machinisme agricole (C. N. E. E. M. A.) —, ceux du secteur professionnel de production et de collecte — Institut technique des Céréales et Fourrages (I. T. C. F.) — et les utilisateurs.

D'autre part, la France est, dans le cadre de l'Association internationale de Chimie Céréalière (I. C. C.), co-responsable d'un groupe de travail chargé de l'appréciation de l'état sanitaire des céréales et de leur aptitude au stockage, qui travaille, en commun avec le groupe correspondant de l'Organisation internationale de Standardisation (I. S. O.), à la rédaction d'un guide du stockage des grains.

Ainsi était-il possible d'envisager que ce symposium, placé sous la présidence d'honneur du Ministre de l'Agriculture, se déroule sous les doubles auspices d'un organisme international et d'un organisme national.

Notre souci a été de faire en sorte que le programme du symposium de Paris soit complémentaire de celui présenté à Winnipeg, en faisant le point des progrès marquants obtenus dans certains secteurs depuis deux ans, ou en abordant de nouveaux sujets.

Ceci a conduit à mettre principalement en lumière les aspects du stockage dans ce qu'ils pouvaient avoir de différent par rapport à ceux rencontrés au Canada et aux U. S. A. Au cours des exposés et discussions de ces journées, les différents modes d'approche de certains problèmes, les solutions proposées, ont pu être confrontés devant un auditoire réunissant des spécialistes de plus de 25 pays : pays ayant une production à usage purement national ou destinée à l'exportation, pays importateurs, contrées présentant des conditions climatiques, des niveaux techniques, des circuits d'utilisation et des systèmes économiques très divers. Une telle confrontation a sans doute contribué à mieux faire prendre conscience des multiples paramètres qui demandent à être pris en considération dans les applications pratiques.

Les problèmes posés par les céréales récoltées de plus en plus humides, en raison de l'extension de leur aire de culture vers des régions plus septentrionales de l'Europe et du système de récolte utilisé, ont été largement abordés. Plus spécialement, l'accent a été mis sur les altérations physiques ou mécaniques subies par les grains au cours du battage, qui conditionneront leur aptitude à une conservation ultérieure.

Par ailleurs, un effort de synthèse a été tenté pour préciser la répercussion des traitements subis par les grains sur leur valeur nutritionnelle pour divers animaux et leurs aptitudes technologiques.

Enfin, les possibilités offertes par l'emploi de stabilisants chimiques de la microflore au cours de l'ensilage ont été largement débattues, ce qui a permis de mieux délimiter leur domaine d'application.

Je n'ai malheureusement pas pu prendre part à ces journées bien remplies, et accueillir personnellement les participants. C'est avec d'autant plus de gratitude que je tiens à remercier ici mon collaborateur M. Multon, cheville ouvrière de ce symposium, et tous ceux qui, à des titres divers, ont contribué à son organisation et à son succès. Je tiens à souligner l'aide fournie par les différents organismes représentés au Comité d'Organisation, spécialement la .contribution financière de l'Office national interprofessionnel des Céréales (O. N. I. C.) et celle de l'I. N. R. A., indispensables à la réalisation de ce colloque et à la publication de ses conclusions.

Souhaitons que ces journées de réflexion en commun favorisent le développement d'une coopération internationale particulièrement nécessaire dans ce domaine de recherches, et que, dans les prochaines années, le relais soit pris pour organiser une nouvelle rencontre sur ce thème en pleine évolution, en mettant l'accent sur les solutions à apporter aux problèmes de stockage particuliers aux pays en voie de développement.

A. Guilbot

Directeur de Recherches
à l'I. N. R. A.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (3), 173-177.

ALLOCUTION

de M. PERDRIX

Directeur des Industries agricoles et alimentaires
au Ministère de l'Agriculture et du Développement rural,
Membre du Comité d'honneur

Mesdames, Mesdemoiselles, Messieurs,

Je représente aujourd'hui, pour ouvrir ce symposium international sur la « Conservation des grains récoltés humides », M. CHIRAC, Ministre français de l'Agriculture et du Développement rural et le docteur PONS, Secrétaire d'État à l'Agriculture.

Cette présence était effectivement prévue, car elle est conforme aux lois de l'hospitalité, en raison du caractère très international de cette réunion et de la qualité éminente des personnalités qui y participent ; elle était aussi justifiée par l'intérêt exceptionnel des travaux auxquels vous allez vous consacrer. Mais vous le savez tous, car même nos amis étrangers ont pu facilement s'en rendre compte en contemplant la prolifération, difficilement contrôlable, d'affiches multicolores sur les murs de Paris, la France est actuellement en période électorale et cette période coïncide exactement avec celle de la grande semaine agricole internationale, centrée autour des salons internationaux de l'Agriculture et de la Machine agricole. Ces circonstances ont fait que, malgré leurs souhaits, MM. CHIRAC et PONS ne peuvent participer personnellement à aucune des manifestations prévues à l'occasion de cette semaine et notamment à celle qui va vous réunir tout au long de ce symposium.

Ils m'ont donc chargé, en tant que Directeur des Industries agricoles et alimentaires du Ministère français de l'Agriculture et du Développement rural, de les représenter en cette occasion solennelle et de vous demander de bien vouloir les excuser de ne pouvoir être ici aujourd'hui avec vous pour des raisons dont vous comprendrez certainement l'importance et le caractère impératif. Je vous exprime donc, en leur nom personnel, tous les regrets qu'ils éprouvent de ne pouvoir vous dire eux-mêmes, et certainement mieux que je ne puis le faire, tout l'intérêt qu'ils portent à vos travaux.

Ils m'ont également demandé de féliciter et de remercier les organisateurs de cette manifestation, c'est-à-dire l'Institut national de la Recherche agronomique (I. N. R. A.) en la personne de M. l'Inspecteur général DROUINEAU qui représentera

d'ailleurs également M. GUILBOT, responsable de la Station de Biochimie et Physicochimie des Céréales et leurs Dérivés, qui relève de l'I. N. R. A. M. GUILBOT est souffrant et ne pourra malheureusement pas, au moins au début de cette semaine, participer à vos travaux ; je me ferai votre interprète en lui adressant vos souhaits de rétablissement le plus rapide.

Je n'aurais garde d'oublier que ce symposium se tient sous les auspices de l'Association internationale de Chimie céréalière (I. C. C.) dont je salue tout particulièrement le Président, M. BURÉ, et également sous les auspices de la Délégation générale à la Recherche scientifique et technique (D. G. R. S. T.). J'aurais également voulu souhaiter la bienvenue à toutes les personnalités éminentes qui vont assister à ce colloque, et les remercier de participer activement à ces travaux. Mais il aurait fallu pratiquement faire l'énumération publique des quelques 200 participants dont 80 d'entre eux proviennent de plus de 25 pays différents, représentant tous les continents. Je me bornerai donc, et vous m'en excuserez, à saluer nommément les personnalités étrangères qui font partie du comité scientifique du symposium : c'est-à-dire, Miss HYDE du Royaume-uni, MM. FOSTER, COLUMBIC et KAUFMANN des U. S. A., M. SINHA du Canada, M. STAWICKI de Pologne et M. TRISVIATSKI de l'U. R. S. S. ; enfin j'adresse un salut particulier à M. CEPEDE, Président de la F. A. O. ainsi qu'à M. CORBETT, représentants mandatés par le siège de cette organisation.

Si j'ai fait allusion tout à l'heure à l'importance particulière de vos travaux, ce n'est pas par simple politesse et pour faire usage d'une formule traditionnelle dans les allocutions d'ouverture des congrès ; pour faire éclater cette importance, il suffit en effet de faire quelques constatations simples.

Sur une production mondiale annuelle de céréales de l'ordre, en chiffres très arrondis, de 1 300 millions de tonnes métriques, on estime à environ 15 p. 100, c'est-à-dire à 200 millions de tonnes métriques, les pertes constatées au moment de la récolte et de l'entreposage des grains. Donc, tout ce qui peut contribuer à réduire ces pertes au niveau du stockage revêt une importance capitale car, que l'on partage ou non les diagnostics catastrophiques du Club de Rome, il est clair que notre devoir à tous, envers l'humanité et plus particulièrement envers ceux des hommes dont la ration alimentaire est insuffisante, est d'augmenter au maximum les ressources alimentaires disponibles et aussi d'éviter le plus possible les variations dans le volume de la production dues à l'influence des éléments naturels ; or nous assistons, grâce aux progrès constants de la sélection végétale et de la science agronomique, à une extension progressive des zones de cultures céréalières qui aboutit, pour certaines d'entre elles, à les voir se développer dans des zones de climats plus humides.

Pour n'en prendre qu'un exemple, en France même, il suffit de constater la remontée spectaculaire du maïs jusque dans le nord de notre pays, remontée qui s'est produite en quelques années seulement. Simultanément, le progrès de la mécanisation, entraînant l'emploi généralisé de la moissonneuse-batteuse, a provoqué un profond bouleversement des conditions de récolte et de stockage. Les grains peuvent être récoltés précocement, donc avec un taux d'humidité plus élevé et la durée de la récolte se trouve considérablement raccourcie, provoquant un afflux brutal dans les silos.

La concentration spectaculaire de grains qui en résulte entraîne des risques accrus d'altération ; parallèlement, l'accroissement du niveau des collectes et la nécessité d'en régulariser l'écoulement et d'en homogénéiser la qualité suscitent un allonge-

ment de la durée du stockage. La conjonction de ces facteurs donne ainsi une importance considérable à l'étude des problèmes de stockage des céréales et, de façon plus particulière, à ceux posés par la conservation des grains qui sont récoltés humides. C'est donc sans exagération oratoire que nous pouvons considérer que votre symposium est centré sur un sujet de première grandeur et qu'il est essentiel que la plus large coopération internationale se réalise pour étudier et mettre au point les solutions techniques et économiques à apporter à un problème qui concerne tous les hommes.

Vous avez peut-être pu vous étonner de constater que le Ministre a choisi, pour le représenter, celui des Directeurs de son Ministère qui est chargé des industries agricoles et alimentaires. Mais ce choix n'est pas fortuit. Il correspond à la notion devenue claire qu'à partir du moment où une part sans cesse croissante de la production agricole n'est utilisée par le consommateur qu'après transformation et que, de plus en plus, cette transformation s'effectue au niveau industriel et non plus artisanal, il est vain de n'examiner les problèmes qu'au stade du produit agricole primaire. Il faut, au contraire, bien situer ces problèmes en considération de l'ensemble de la chaîne agro-alimentaire qui relie le producteur agricole au consommateur final. Vous me pardonnerez donc si, en fonction des responsabilités qui me sont propres, j'insiste devant vous sur quelques points qui me paraissent essentiels.

De par leur grande richesse énergétique et leur facilité de conservation, les diverses céréales ont toujours joué et continueront à jouer un rôle primordial dans l'alimentation humaine, directement ou par l'intermédiaire des animaux. Mais de plus, par la complexité de leur composition biochimique, elles sont utilisées par de très nombreuses branches industrielles dont beaucoup ne sont pas à vocation alimentaire. En s'en tenant au grain de blé, et mis à part le circuit essentiel qui, par la farine, conduit à la boulangerie, à la pâtisserie, à la biscuiterie, et à la biscotterie avec toutes leurs variantes diététiques, nous recensons la distillerie, la levurerie, l'huilerie, l'amidonnerie, cette dernière filière débouchant elle-même sur un éventail d'industries très diverses qui vont de la confiserie aux produits pharmaceutiques en passant par les explosifs, les colles, la parfumerie, la teinturerie, l'imprimerie, l'industrie chimique et même la sidérurgie.

Or, ces diverses activités industrielles ont besoin d'un approvisionnement d'une qualité constante et homogène mais répondant en même temps à des caractéristiques qui sont souvent très spécifiques. Cela leur est nécessaire à la fois pour conduire des processus de transformation de plus en plus complexes dans des conditions satisfaisantes, sur le plan technologique et sur le plan économique, mais aussi pour aboutir à une constance dans la qualité des produits fabriqués, et il est de l'intérêt essentiel de la production agricole de tenir le plus grand compte de ces spécifications pour pouvoir obtenir la meilleure valorisation possible. Il est donc primordial que les techniques de stockage des grains n'aboutissent pas à une dégradation de leur valeur ou même à un alignement trop poussé sur une valeur moyenne, peut-être acceptable en elle-même, mais qui ne correspondrait plus à certaines utilisations spécifiques qui peuvent représenter un débouché important pour certains organismes stockeurs ; c'est dire toute la difficulté du problème auquel vous vous attaquez, puisqu'il doit tenir compte à la fois des caractéristiques des produits qui entrent en stockage mais aussi des caractéristiques attendues des produits en fin de conservation. Or ces caractéristiques sont de plus en plus complexes et de plus en plus diversifiées et certaines sont en train, à juste titre, de prendre une importance qu'elles n'avaient pas encore.

Prenons l'exemple du blé. En dehors des qualités agronomiques, c'est-à-dire la résistance de la plante aux incidents climatiques et aux maladies et son rendement, qui se situent en amont de nos préoccupations, on peut distinguer des qualités alimentaires et des qualités technologiques. Au premier plan des qualités alimentaires se trouve d'abord et à titre impératif l'innocuité, aussi bien pour les blés destinés à l'alimentation humaine que pour ceux destinés à l'alimentation du bétail. Les grains doivent à tout prix être exempts de substances toxiques, qu'elles soient produites par certaines bactéries ou par certaines moisissures, qu'il s'agisse de résidus de pesticides ou d'agents chimiques ou de substances formées au cours de traitements thermiques trop poussés ou d'un échauffement même du grain.

Mais nous devons distinguer également des qualités organoleptiques et nutritionnelles dont l'éventail peut varier selon que les blés sont destinés à l'alimentation humaine, pour laquelle le blé est considéré encore surtout pour sa valeur énergétique, ou pour celle des animaux, pour laquelle la notion d'apport des protéines est importante. Du point de vue de l'importance croissante de la qualité alimentaire, il m'apparaît essentiel, au niveau des techniques de stabilisation utilisées pour le stockage, que ces techniques soient physiques ou chimiques, mais surtout si elles sont de nature chimique, que les précautions les plus grandes soient prises pour en mesurer les conséquences éventuelles au niveau de l'innocuité vis-à-vis du consommateur final.

Si nous passons maintenant, toujours en restant sur l'exemple du blé, des qualités alimentaires aux qualités technologiques, c'est-à-dire l'aptitude à fournir un produit transformé présentant des caractéristiques déterminées, nous constatons aussi la difficulté et la diversité des problèmes à résoudre. Les exigences technologiques des différentes industries utilisatrices de farine ne sont en effet pas toujours compatibles, le plus souvent même elles s'opposent entre elles ; même au niveau de la seule fabrication du pain, les qualités boulangères exigées d'une farine présentent de grandes variations d'un pays à l'autre et même d'une région à l'autre d'un même pays, lorsque la boulangerie a conservé un caractère artisanal comme c'est encore le cas en France.

Quand on recense ainsi tous les facteurs qui peuvent altérer au cours du temps le produit vivant qu'est le grain de céréale, qui respire et qui ne demande qu'à germer puisque la nature l'a fait pour cela — facteurs microbiens, que ce soient des bactéries, des levures ou des champignons microscopiques, facteurs physiques ou chimiques —, on a le sentiment qu'il n'existe probablement pas une solution unique aux problèmes posés par le stockage des grains humides, mais une série de voies pouvant éventuellement être combinées entre elles pour tenir compte de la spécificité des problèmes à régler. Or ces voies doivent être à la fois explorées et testées, non seulement sur le plan scientifique et technique mais aussi sur leurs facilités plus ou moins grandes d'emploi et enfin sur leurs incidences économiques et financières.

Mais je ne voudrais pas aller plus avant, car je n'ai rien à apprendre à un auditoire de spécialistes tels que vous, et je voulais seulement vous faire comprendre combien l'importance de vos travaux est ressentie en dehors des milieux spécialisés et quel intérêt majeur les responsables gouvernementaux de ce secteur en France, je puis m'en porter garant, mais sans nul doute dans tous les autres pays d'où vous venez, attachent aux retombées de ce symposium. Son efficacité se trouve d'ailleurs multipliée par son insertion dans la semaine internationale de l'agriculture qui vous permettra de passer en revue commodément les principaux matériels de stockage

disponibles sur le marché actuellement, grâce à la visite du S.I.M.A. qui va être organisée dans la journée de mercredi ; de plus, en marge de vos travaux et pour profiter de votre présence à Paris, deux réunions de l'I. C. C. vont également se tenir, dont l'une est en relation avec l'I. S. O. Voilà donc un programme homogène et bien rempli pour lequel je vous souhaite beaucoup de courage, beaucoup de persévérance et pour lequel j'espère que vous accomplirez un travail fructueux ; mais, sur ce dernier point, cette espérance est presque pour nous une certitude en raison de la compétence éminente de tous ceux qui participent à ces réunions.

Je souhaite aussi que vous puissiez quand même trouver, au cours de cette réunion ou après la clôture de ce symposium, des moments de détente que vous aurez bien mérités et qui vous permettront de tirer quelques agréments de votre séjour à Paris, dont vous pourrez remarquer que l'atmosphère électorale n'enlève rien à son charme traditionnel.

Mesdames, Mesdemoiselles, Messieurs, en vous renouvelant au nom du Ministre les souhaits de bienvenue du Gouvernement français, je déclare ouvert le symposium international sur la « conservation des grains récoltés humides ».

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (3), 179-181.

ALLOCUTION

de M. DROUINEAU

Conseiller scientifique à l'I. N. R. A.,
Membre de l'Académie d'agriculture,
Membre du Comité scientifique

Monsieur le Président,
Mesdames, Mesdemoiselles, Messieurs,

Je ne prends la parole aujourd'hui que pour remplacer M. GUILBOT qui se trouve malheureusement souffrant. A la suite des indications que M. PERDRIX vient de vous donner sur l'intérêt que portent les Pouvoirs publics à l'organisation de ce symposium, je voudrais simplement vous indiquer rapidement quelle est la situation française et vous donner les informations nécessaires sur les principaux thèmes qui seront étudiés au cours de ce symposium.

En France, la collecte des céréales et les problèmes de stockage ont pris une dimension nouvelle depuis une douzaine d'années. En effet, la collecte française, qui était de 110 millions de quintaux en 1959-1960, c'est-à-dire 11 millions de tonnes, s'est élevée à 261 millions de quintaux en 1971-1972. Cette augmentation spectaculaire est due en grande partie au développement du maïs dont la récolte est passée de 10 millions de quintaux pour la campagne 1959-1960 à 88 millions de quintaux pour la campagne 1971-1972.

Le maïs intervient non seulement sur le plan quantitatif, mais surtout sur un plan qualitatif. Le développement de la production est dû essentiellement à une augmentation de l'aire de culture ; celle-ci s'est étendue aux régions les plus septentrionales de notre pays grâce aux travaux qui ont été faits par la recherche dans le secteur « amélioration des plantes », avec pour conséquence une aggravation des problèmes liés à l'humidité des grains.

Pendant la même période, d'autres facteurs ont joué dans le même sens pour attirer l'attention des Pouvoirs publics et professionnels sur l'importance de la technologie du séchage et du stockage. Ces facteurs sont les suivants : en premier lieu, l'évolution des techniques de récolte, qui a été extrêmement rapide, elle paraît d'ailleurs avoir atteint actuellement un palier ; les modifications dans les rotations, qui influent sur la microflore des grains et d'une manière fort importante ; enfin, l'aug-

mentation des capacités de stockage : en effet, la capacité de stockage des organismes que l'on appelle en France collecteurs agréés, qui était en 1960 de 54 millions de quintaux, est passée en 1972 à 149 millions de quintaux, et l'on estime que l'augmentation annuelle est de l'ordre de 8 millions de quintaux.

Parallèlement, les capacités de stokage à la ferme, en ne considérant que les capactités de stockage en vrac, dotées d'un équipement au moins sommaire de manutention, ont fortement progressé. Il est vrai qu'elles étaient faibles en 1960 (7 millions de quintaux), elles atteignaient 57 millions de quintaux en 1970, elles ont encore beaucoup progressé depuis, mais ce sont des évaluations qui sont évidemment approchées, et beaucoup moins précises que les précédentes.

Le quatrième et dernier facteur que nous voudrions évoquer est relatif à l'accroissement des exigences de qualité — qualités technologiques pour les industries de transformation, qualités d'ordre nutritionnel ou sanitaire pour l'alimentation des animaux ou de l'homme, avec, comme on vous l'a déjà dit, un accent particulier mis sur les questions de résidus de pesticides et de toxines.

Les organisateurs de ce colloque se sont rendu compte, à travers les contacts qu'ils avaient depuis de longues années, dans le cadre des groupes de travail de l'Association internationale de Chimie céréalière (I. C. C.) et de l'International Standardization Organization (I. S. O.), qu'il était bien nécessaire d'avoir une large discussion internationale sur les trois sujets essentiels : les problèmes liés au stockage des grains récoltés à une humidité élevée, les traitements technologiques qu'ils ont à subir et les répercussions de ces traitements sur la qualité et la valeur d'utilisation des grains. C'est la raison pour laquelle, au cours de douze conférences générales et de 54 communications, vous pourrez étudier les principaux thèmes suivants.

1. — *L'incidence des conditions de récolte sur l'aptitude à la conservation :* 4 communications permettent d'aborder l'influence des machines de récolte, en particulier sur la casse des grains, en fonction de leur humidité et des facteurs météorologiques.

2. — *Le génie chimique appliqué à la manutention et au séchage des grains humides :* 8 communications permettent de discuter les différents aspects du séchage, les transferts d'eau et de chaleur, l'écoulement de l'air à travers les grains et les nouvelles techniques qui commencent à être employées.

3. — *L'évolution biochimique des grains pendant la conservation et les tests permettant de déceler l'altération :* un secteur très important, et 10 communications au cours desquelles des évolutions biochimiques de natures très variées seront décrites, les possibilités de déceler l'altération en temps utile, ainsi que l'appréciation de l'aptitude au stockage, seront évoquées.

4. — *Les aspects microbiologiques, l'étude quantitative et qualitative de la flore, l'étude des toxines et les moyens de lutte par les acides organiques* occupent une place importante : 14 communications seront consacrées au seul problème de l'utilisation des acides organiques, ce qui souligne l'actualité et l'intérêt économique et technique de ces questions.

5. — *Les problèmes posés par l'infestation par les insectes :* 5 communications sont consacrées à cette question qui est surtout importante pour les pays en voie de développement, mais non négligeable dans les pays industriels ; cette étude a peut-être

été un peu négligée en France, elle redevient maintenant d'actualité en raison des exigences de l'exportation, la France étant devenue un très grand pays exportateur.

6. — *Les techniques nouvelles de stockage et d'ensilage :* en 8 communications sont décrites les techniques nouvelles, dont certaines sont d'avant-garde, comme l'irradiation ou comme le stockage sous l'eau en sacs plastiques étanches que proposent les délégués japonais.

7. — *L'incidence des conditions de stockage sur les aptitudes technologiques :* transformations industrielles ultérieures, et, d'après ce que vous a dit M. PERDRIX, vous voyez que l'on aborde seulement une partie de cette étude de transformations industrielles ultérieures et l'incidence des conditions de stockage sur les caractéristiques nutritionnelles des produits, tant pour la consommation humaine que pour la consommation animale. Sept communications permettront de présenter les principaux aspects de cette question très importante pour le consommateur qui est alerté maintenant, puisqu'elle est relative à la qualité des produits finis.

8. — *Les structures économiques du stockage :* 3 communications clôtureront ce symposium en évoquant certains aspects économiques particuliers liés au séchage et au stockage, mais je crois que ceci est extrêmement insuffisant et que beaucoup de problèmes économiques, de problèmes même sociologiques, n'ont pas encore pu être abordés.

Comme vous le voyez, il s'agit d'un colloque qui revêt une grande importance ; vous avez beaucoup de travail au cours de cette semaine, il ne me reste plus qu'à souhaiter, au nom du Comité d'organisation, que ce symposium atteigne le but qu'il s'est fixé, tant au cours de sessions que de visites d'organismes stockeurs. Grâce aux organismes professionnels, il sera possible d'organiser des visites.

Enfin, les discussions et les contacts que vous pourrez avoir au cours de ce symposium permettront, j'espère, de faire progresser la science dans ce domaine qui, pour nous, est extrêmement important. Je vous adresse donc mes vœux pour un travail fructueux au cours de ces prochains jours, ainsi qu'un agréable séjour à Paris.

SECTION I

- INCIDENCE DES CONDITIONS DE RÉCOLTE SUR L'APTITUDE DES GRAINS A LA CONSERVATION
- EFFECTS OF HARVEST CONDITIONS ON GRAINS PRESERVATION FITNESS
- EINFLUSS DER ERNTEVERHALTNISSE AUF LAGERFÄHIGKEIT DES GETREIDES

Sous la présidence

de

M. le Professeur TRISVIATSKI (U. R. S. S.)
et M. POUPINEL (France)

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (3), 185-210.

INFLUENCE DES MODES DE BATTAGE EN FONCTION DE L'HUMIDITÉ ET DES VARIÉTÉS SUR LES CARACTÉRISTIQUES PHYSIQUES DU MAÏS-GRAIN DESTINÉ A LA CONSERVATION

E. MAQUET

Institut technique des Céréales et des Fourrages,
8, Avenue Président Wilson,
75016 Paris (France)

RÉSUMÉ

L'Institut technique des Céréales et des Fourrages a réalisé en 1971 et 1972 une série d'expérimentations sur ce thème. Les matériels de battage étaient un automoteur équipé d'un batteur à dents (type cage) et une moissonneuse-batteuse équipée d'un batteur à battes. Cinq variétés de maïs furent utilisées : *INRA 258, INRA 260, Lg 11, Dekalb 204, Funk 266.*

Les essais ont été effectués sur le terrain simultanément pour les 2 types de matériels, les échantillons de grains analysés ont été prélevés ponctuellement avec 4 ou 5 répétitions. En dehors de l'humidité, les paramètres étudiés ont été la vitesse des batteurs, la vitesse d'avancement, l'écartement batteur — contre-batteur. Les mesures sur les échantillons prélevés ont porté sur l'humidité, la classification des grains endommagés et cassés, le taux d'impuretés, mesures effectuées sur grain humide et sur grain séché à l'air ambiant.

Les principaux résultats montrent que le batteur à dents casse moins pour une variété et une humidité données que le batteur à battes ; la différence constatée est d'autant plus importante que l'humidité est élevée (faible vers 25 p. 100, elle devient importante vers 35 p. 100). Il a été mis en évidence une formule mathématique générale exprimant le taux de casse Y de grain en fonction de l'humidité X du type : $\log_{10} Y = a \log_{10} X + b$ dans lesquels les coefficients a et b varient avec les diverses variétés et le type de batteur.

Cette étude montre également la variabilité du comportement des diverses variétés et l'humidité du grain n'est donc pas un critère valable pour déterminer l'aptitude d'une variété de maïs à être battue dans des normes correctes du point de vue taux de casse.

I. — INTRODUCTION

La France est venue récemment à la production du maïs-grain (tabl. 1). L'extension s'est faite dans les zones de son territoire situées au nord de la Loire, où la récolte par épis et la conservation en cribs deviennent aléatoires voire impossibles. De plus,

la recherche d'une plus grande productivité du travail humain a conduit nécessairement les agriculteurs vers la généralisation de la récolte mécanique du maïs sous forme de grains et à l'emploi de machines de plus en plus puissantes. Cette modification dans la technique de récolte conduit à l'étude des divers systèmes de battage en les appliquant aux variétés de maïs les plus intéressantes, et ceci dans des conditions diverses, tant sur le plan de la météorologie que du terrain.

TABLEAU I

Évolution du maïs-grain en France

Moyenne 3 années	Surface (ha)	Production (t)
1950-52	350 000	637 000
1960-62	930 000	3 400 000
1970-72	1 720 000	8 000 000

L'objectif que l'on peut se fixer est l'obtention des grains ayant les meilleures caractéristiques possibles en vue de faciliter les opérations de conservation et de séchage qui sont indispensables étant donné l'humidité toujours importante observée lors de la récolte, 30 à 40 p. 100 SH. Ce but doit cependant être recherché sans oublier les légitimes intérêts des producteurs de maïs, c'est-à-dire qu'il faudra tenir compte, dans le coût des opérations, des pertes provoquées par les divers processus.

Un important travail sur ce sujet a déjà été effectué sous un certain nombre d'aspects, et on peut particulièrement citer les très intéressants travaux effectués par certaines universités des États-Unis d'Amérique du Nord.

En 1959 et 1960, JOHNSON, LAMP, HENRY et HALL (1963) se livraient à des investigations en vue de déterminer l'effet de méthodes de récolte sur l'humidité (caractérisée par l'époque de récolte), sur les quantités récoltées (rendement) et les pertes totales découlant des opérations de récolte. Ils s'efforcèrent aussi de caractériser la qualité du grain récolté aux diverses humidités. Les diverses méthodes utilisées étaient la récolte à la main, la récolte au Corn-picker, la récolte en grains obtenus en battant à poste fixe des épis, soit à travers un batteur de moissonneuse-batteuse de type à battes, soit à travers un batteur à dents du type cage mieux adapté au battage du maïs. Selon les variétés et le lieu de récolte, les humidités varièrent de 18-20 p. 100 à 32-40 p. 100. Les principaux résultats indiquèrent que les pertes visibles étaient les plus basses pour une récolte en épis vers 35 p. 100 d'humidité et pour une récolte en grains vers 30-32 p. 100 SH. Ils établirent l'influence déterminante de la verse sur ces pertes. Les auteurs indiquèrent d'autres pertes baptisées par eux « pertes invisibles » (perte invisible = fines particules non récupérables + manque à gagner vis-à-vis de la maturité complète) qui étaient les plus basses lorsque la récolte en grains avait lieu à une humidité de l'ordre de 28 à 30 p. 100 SH.

BYG et HALL en 1964, 1965 et 1966 (1968) et HALL et JOHNSON en 1966 et 1967 (1970) reprennent le même sujet, d'une part en étudiant les pertes provoquées par la récolte

en épis et par la récolte à la moissonneuse-batteuse et d'autre part en comparant l'effet des deux systèmes mécaniques de battage : le batteur à battes de la moissonneuse-batteuse et le batteur à dents spécial pour maïs du type cage.

Ils opérèrent dans des gammes d'humidité comprises entre 10 et 37 p. 100 en battant des épis à poste fixe en ce qui concerne la comparaison des deux types de batteur. Les paramètres étudiés étaient essentiellement la vitesse de rotation du batteur de la moissonneuse-batteuse et le débit d'alimentation dans le cas du batteur type cage. Les principaux résultats obtenus en classant le grain sur des grilles étaient que le taux de casse baisse jusqu'à 20-25 p. 100 d'humidité SH puis augmente. Le batteur de la moissonneuse-batteuse provoque plus de grains finement cassés que le batteur à cage. Dans le batteur à battes, l'influence déterminante est provoquée par la vitesse du batteur, celle de l'écartement batteur — contre-batteur intervernant ensuite. Ces auteurs démontrèrent également que l'effet année était extrêmement important sur l'aptitude d'un maïs à être correctement battu.

Waelti et Buchele (1969) ont renouvelé les méthodes d'étude du battage en étudiant les facteurs, liés aux grains et aux épis de maïs, affectant la casse durant le battage. Estimant que les propriétés morphologiques des épis de maïs ont un rôle déterminant sur l'importance des dégâts mécaniques au battage, ils ont cherché les relations existant entre le taux de casse et les propriétés physiques et morphologiques des grains et des rafles. Cinq variétés de maïs furent ainsi testées par battage à poste fixe avec un batteur à battes puis par battage au champ, avec les mêmes réglages qu'à poste fixe. Ils procédèrent à des tests physiques, mesurant surtout la force d'arrachement des grains hors de la rafle et la résistance à la compression des grains et de la rafle. Enfin, les mesures morphologiques sur le grain, la rafle et les épis furent effectuées.

Les principaux résultats indiquent que les dégâts au battage sont influencés par la force d'arrachement des grains (indépendante de l'humidité), la résistance du grain à la compression, celle-ci augmentant quand l'humidité diminue, la résistance de la rafle à la compression et le module d'élasticité du grain.

Une variété est apte à un bon battage lorsque la force d'arrachement du grain est faible, que la résistance du grain à la compression est élevée, que la résistance de la rafle à la compression est faible et que le module d'élasticité du grain est faible.

En France, des travaux ont été effectués en 1962 et 1963 par le Centre national d'Études et d'Expérimentation de Machinisme agricole et l'Institut technique des Céréales et des Fourrages (Jouin et Maquet, 1964). Les deux modes de battage, batteur à battes et batteur à cage, furent comparés sur le terrain. Des variétés de caractéristiques différentes étant utilisées, les variables étaient la vitesse du batteur, l'écartement batteur — contre-batteur pour la moissonneuse-batteuse et la vitesse d'avancement ; les critères de jugement furent le taux de casse, les pertes, le taux d'humidité et le pouvoir germinatif.

Les principaux résultats confirmèrent l'importance de la vitesse du batteur en ce qui concerne la casse et les pertes, indiquèrent des écarts sensibles entre les diverses variétés, le meilleur comportement au battage de grains d'une humidité importante, du batteur à cage et l'influence de la date de récolte et de l'humidité sur le taux de casse et les pertes (essais à des taux d'humidité généralement importants et supérieurs à 35 p. 100 SH).

II. — TRAVAUX DE L'INSTITUT TECHNIQUE DES CÉRÉALES ET DES FOURRAGES

L'apparition de matériels de récolte plus puissants et mieux adaptés et les écarts constatés en pratique dans le comportement des diverses variétés de maïs nous amenèrent à reprendre en 1971 et 1972 des travaux sur le battage du maïs mais avec des objectifs différents. L'expérimentation a été réalisée à la station de Boigneville, de l'I. T. C. F.

Les premiers aspects étaient de classer des variétés de maïs (dont la culture était normale à Boigneville, à 80 km au sud de Paris) en utilisant deux types de batteurs dans des conditions les plus voisines de la pratique agricole (essais en vraie grandeur) mais avec des méthodes rigoureuses permettant une interprétation statistique. Les autres aspects visaient la détermination des meilleurs réglages des organes de battage, l'évaluation aussi précise que possible des diverses formes de pertes et aussi la mise au point de méthodes permettant l'évaluation des caractéristiques physiques du grain humide.

A. — *Comparaison machine de récolte — variété de maïs*

a. *Machines de récolte.*

Deux matériels furent employés :

Un automoteur-batteur à maïs de marque Rivierre Casalis, type ABM 3 (puissance 100 CV D. I. N.) dont l'organe de battage était un double batteur à pointes du type cage, équipé d'un bec cueilleur 3 rangs à rouleaux longs et spiralés (écartement 0,80 m entre chaque rang).

Réglages retenus : vitesse d'avancement 3,5 km/h, vitesse de rotation du batteur 900 tr/mn, écartement batteur - contre-batteur 45 mm (position 2), trappe de sortie du batteur complètement ouverte.

Une moissonneuse-batteuse adaptée au maïs de marque Claas, type Mercator (puissance 114 CV S. A. E.) dont l'organe de battage est un batteur aveuglé de 450 mm de diamètre et 1 200 mm de large, comportant 6 battes. Elle était équipée d'un bec cueilleur 3 rangs à rouleaux courts (écartement 0,80 m entre chaque rang).

Réglages retenus : vitesse d'avancement 3,5 km/h, vitesse de rotation du batteur 700 tr/mn, écartement batteur - contre-batteur : entrée 30 mm, sortie 14 mm.

Il faut noter que ces réglages furent respectés tout au long des essais excepté ceux des organes de battage durant les essais de réglages. Ils constituaient de bons réglages utilisés par les agriculteurs compétents.

b. *Variétés de maïs.*

Cinq variétés ont figuré les 2 années dans tous les essais : *Dekalb 204, Limagrain Lg 11, INRA 258, INRA 260, Funk's 266.* Les densités de semis furent celles conseil-

lées par les techniciens des services agronomiques (66 000 à 85 000 plantes/ha). Les rendements étaient de bons rendements agricoles (6,5 à 7,5 t/ha de grain à 15 p. 100 d'humidité SH).

c. *Techniques expérimentales.*

Quatre dates de récoltes furent retenues chaque année. Pour une variété donnée, les deux machines opéraient le même jour. Les prélèvements au nombre de 4 ou 5 étaient faits à la sortie de la goulotte d'alimentation de la trémie.

Le processus consistait à utiliser un champ d'au moins 300 m de long. Le premier prélèvement était fait après 100 m de battage sans arrêter la machine, puis les autres à des points balisés sur le terrain, écartés d'au moins 50 m.

Sur le terrain, on a fait les mesures suivantes : détermination de la densité des plantes, prélèvement pour déterminer le poids de 1 000 grains avant battage, détermination des pertes (épis, grains sur rafles, grains libres).

Chaque prélèvement individualisé était divisé pour subir les mesures physiques suivantes.

Le dosage de l'eau a été effectué à l'étuve électrique lente pendant 36 heures à 130°C. Les mesures ont été faites sur les grains entiers (4 déterminations), les grains cassés supérieurs à 6 mm (2 déterminations), les grains cassés inférieurs à 4,5 mm (1 détermination), les grains cassés compris entre 4,5 et 5 mm (2 déterminations) et les impuretés (1 détermination).

La mesure des grains cassés a été faite par granulométrie, d'une part en humide, d'autre part en sec.

En humide, méthode manuelle : une analyse par prélèvement ; impuretés, grains entiers, grains cassés > 6 mm, grains cassés < 4,5 mm, grains cassés compris entre 4,5 et 6 mm.

En sec, après séchage à l'air ambiant légèrement réchauffé (+ 4 à 6°C), une mesure manuelle par échantillon avec la même classification qu'en humide.

Les mêmes mesures avec des appareils mécaniques (Dockage Tester — Labofix) furent effectuées en sec et en humide. Des dosages d'humidité des mêmes échan-

Date d'exécution des différents essais

Date	1	2	3	4
1971				
Dekalb 204	15-9	22-9	1-10	13-10
INRA 258.....	17-9	24-9	1-10	13-10
Lg 11	17-9	27-9	4-10	15-10
INRA 260.....	20-9	27-9	6-10	18-10
Funk's 266	22-9	29-9	6-10	15-10
1972				
Dekalb 204.....	18-10	25-10	8-11	22-11
INRA 258.....	18-10	25-10	6-11	22-11
Lg 11	16-10	23-10	2-11	17-11
INRA 260	20-10	27-10	8-11	20-11
Funk's 266	2-11	10-11	27-11	4-12

tillons furent faits avec un appareil électrique (Supermatic) sur échantillon brut, sur échantillon sans impureté et sur échantillon sans impureté et sans grain cassé < 6 mm.

Les nombreux résultats ainsi obtenus furent mis sur cartes perforées et interprétés statistiquement sur ordinateur IBM 1130.

Il est à noter qu'en 1972 une violente tempête les 11 et 12 novembre provoqua une verse importante.

d. *Discussion des résultats.*

Les deux années 1971 et 1972 furent fondamentalement différentes en ce qui concerne les niveaux d'humidité atteints. La récolte 1971 a été très précoce, humidité SH de l'ordre de 35-37 p. 100 vers le 15 septembre atteignant 26-28 p. 100 vers le 15 octobre, la meilleure année qui puisse s'imaginer. Au contraire, la récolte 1972 a été tardive, 41-43 p .100 d'humidité vers le 15 octobre se stabilisant vers 37-40 p. 100 d'humidité SH vers le 10 novembre.

On peut donc aisément faire figurer sur un même graphique (fig. 1), sans qu'il y ait recoupement, l'évolution d'humidité des grains entiers pour les 2 années et ceci

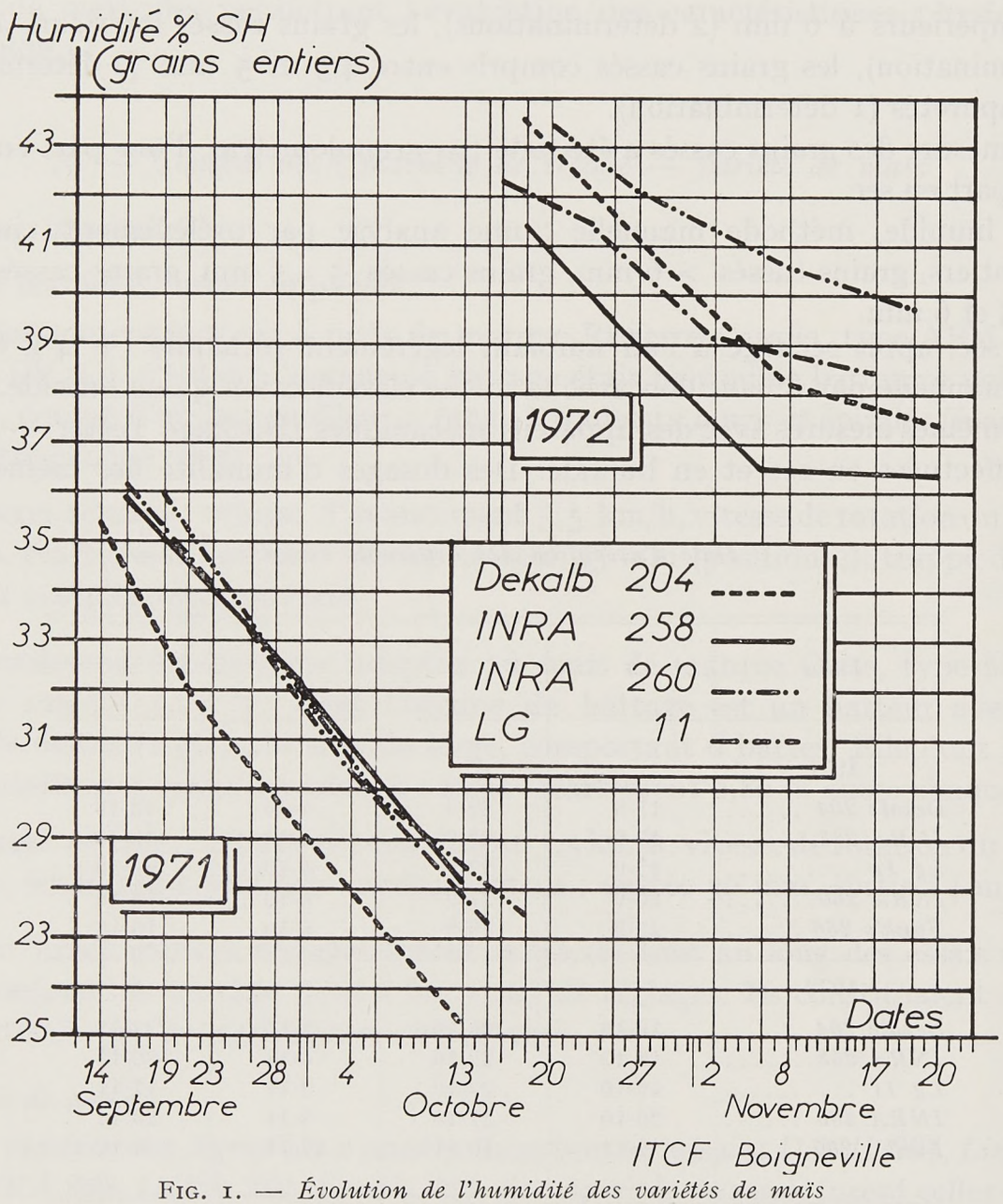


Fig. 1. — *Évolution de l'humidité des variétés de maïs*

pour 4 variétés, la cinquième (*Funk's 266*) ayant sensiblement la même allure que *INRA 260*. On peut considérer que dans les conditions de la Station (80 km au sud de Paris) ces 2 années donnent les limites de l'enveloppe de l'humidité suivant les années.

L'effet année est donc extrêmement important ; il se marque d'autre part par la vitesse de dessiccation. C'est ainsi que pour les 3 variétés les plus précoces (*Dekalb 204, INRA 258* et *Lg 11*) cette valeur atteint 0,30 à 0,35 point/jour en 1971 et seulement 0,20 à 0,24 en 1972.

L'interaction année/variété existe et si l'on faisait un classement vitesse de dessication par variété, celui-ci ne serait pas le même les 2 années, ce qui introduit déjà un premier écart entre les variétés.

Le plus important est la classification des variétés en fonction des taux des grains cassés (somme de toutes les catégories de grains cassés) rapportés soit à la date de récolte soit à l'humidité moyenne des grains (entiers et cassés) ceci avec les deux types de batteurs.

Une série de graphiques (fig. 2 à 6) rend plus faciles ces comparaisons.

On a pu faire les constatations suivantes.

L'automoteur-batteur à maïs (à batteur du type cage) casse systématiquement moins que le batteur à battes de la moissonneuse-batteuse et ceci pour les 2 années et pour toutes les variétés. Cet écart entre les 2 batteurs est d'autant plus important que les conditions de battage sont difficiles (fig. 7 et 8).

On obtient les mêmes résultats (vis-à-vis du taux de casse exprimé en humide) avec des écarts considérables d'humidité entre 1971 et 1972 (tabl. 2).

Les valeurs 1972 pour *INRA 260* et *Funk's 266*, concernant la moissonneuse-batteuse, sont théoriques, les variétés n'ayant pas atteint ce niveau.

Les variétés n'ont pas le même comportement, l'une d'entre elles (*Lg 11*) se détache nettement quelle que soit l'année. On verra plus loin comment rendre compte mathématiquement de différences entre variétés. La constation doit déjà être faite : l'humidité du grain n'est pas un élément suffisant pour juger si un maïs peut être correctement battu, cela dépend de l'année et cela dépend de la variété considérée.

On peut penser que le meilleur moyen pratique pour définir l'aptitude d'un maïs au battage est de se fixer un objectif de taux de casse en humide.

Ces chiffres sont des valeurs moyennes susceptibles de légères variations suivant la machine employée et la variété considérée : elles donnent néanmoins une bonne base d'appréciation.

1. *Influence sur le taux d'impuretés.*

Le taux d'impuretés n'est pas un indice de qualité du battage au sens absolu, mais il indique la plus ou moins grande facilité de fonctionnement des machines. En effet, si celui-ci était important (plus de 1 p. 100), il occasionnerait des incidents (grilles bouchées — bourrages) qui provoqueraient des pertes et augmenteraient les temps de travaux.

Le seuil de signification (95 p. 100) est à 0,60. La variation entre dates est importante et significative entre les dates 2 et 3, les variations entre variétés existent entre le groupe *Dekalb 204, INRA 258, Lg 11* et les variétés *INRA 260* et *Funk's 266* ; écart significatif également entre les deux dernières variétés.

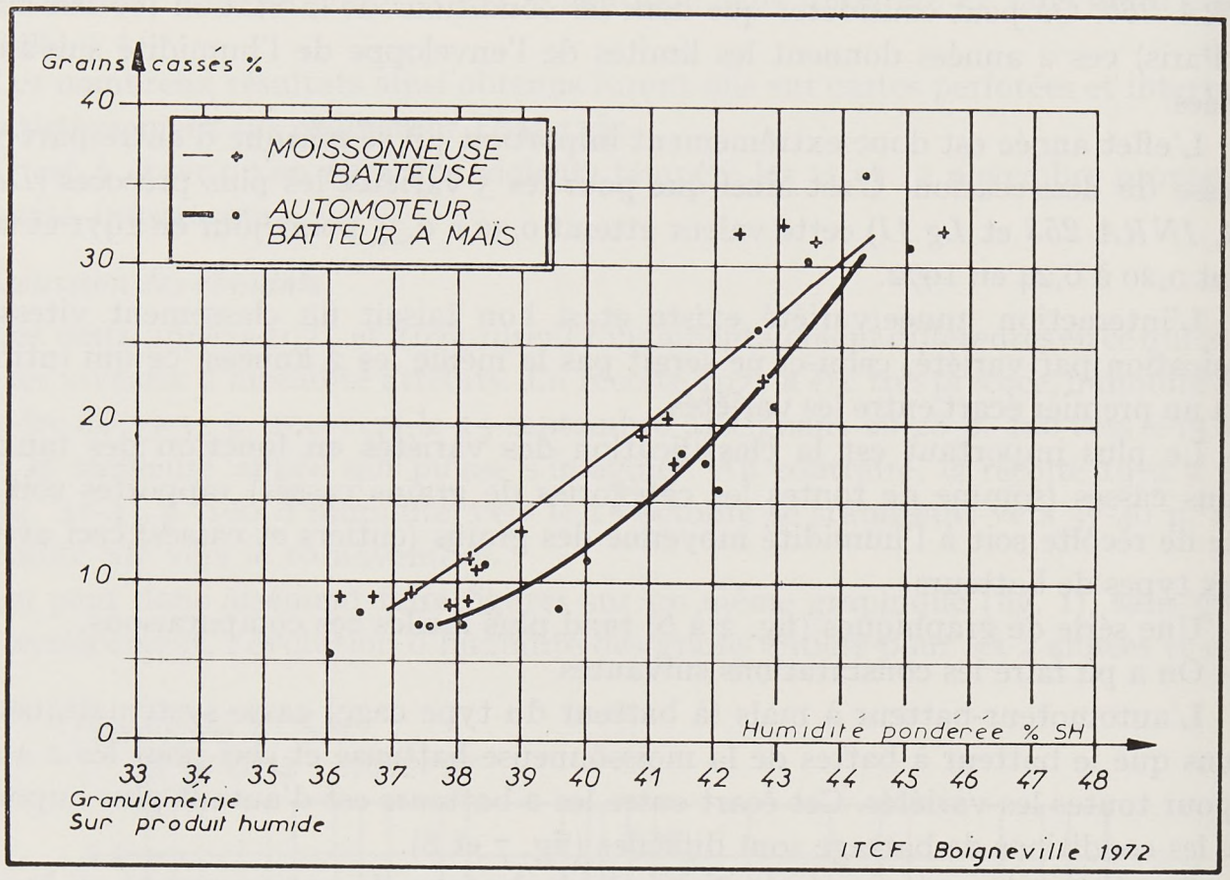


FIG. 2. — *Variété:* Dekalb 204

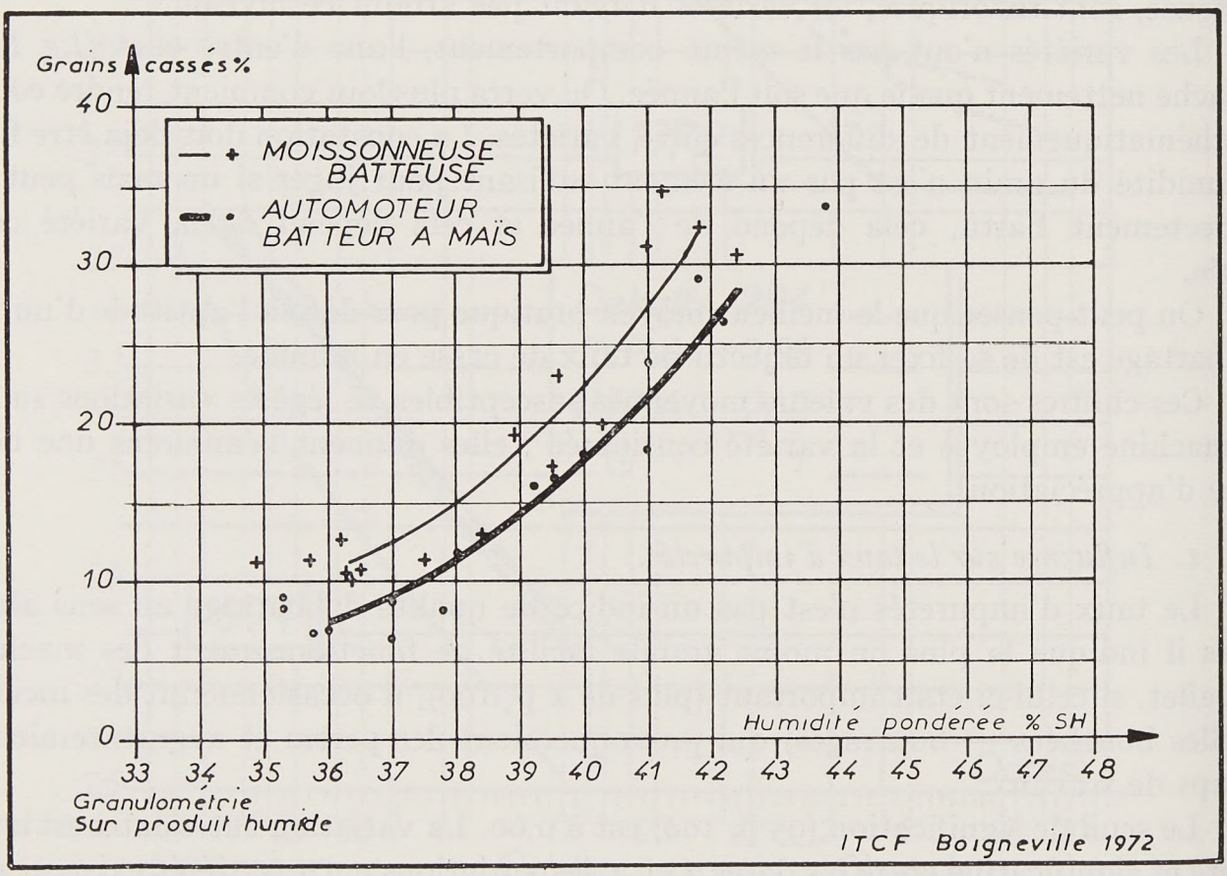


FIG. 3. — *Variété:* INRA 258

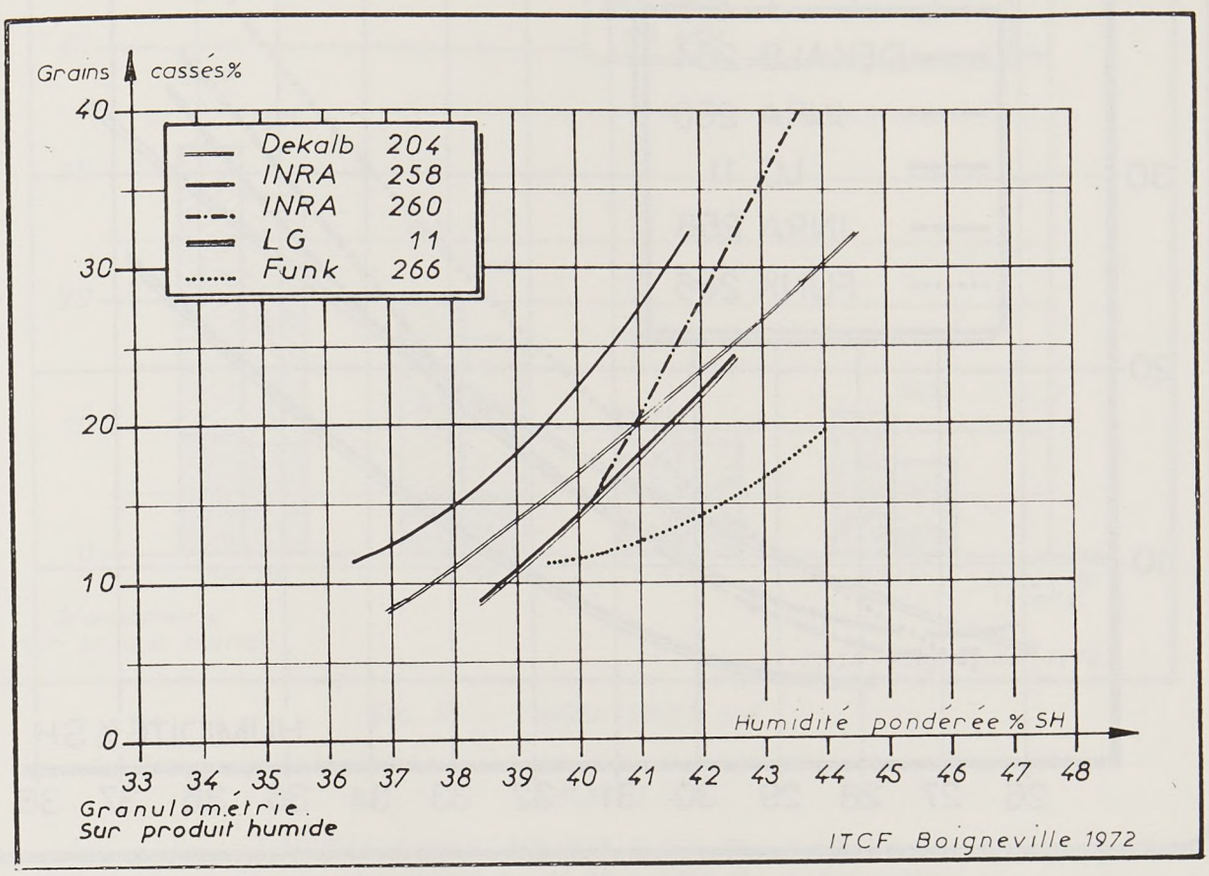


FIG. 4. — *Moissonneuse-batteuse*

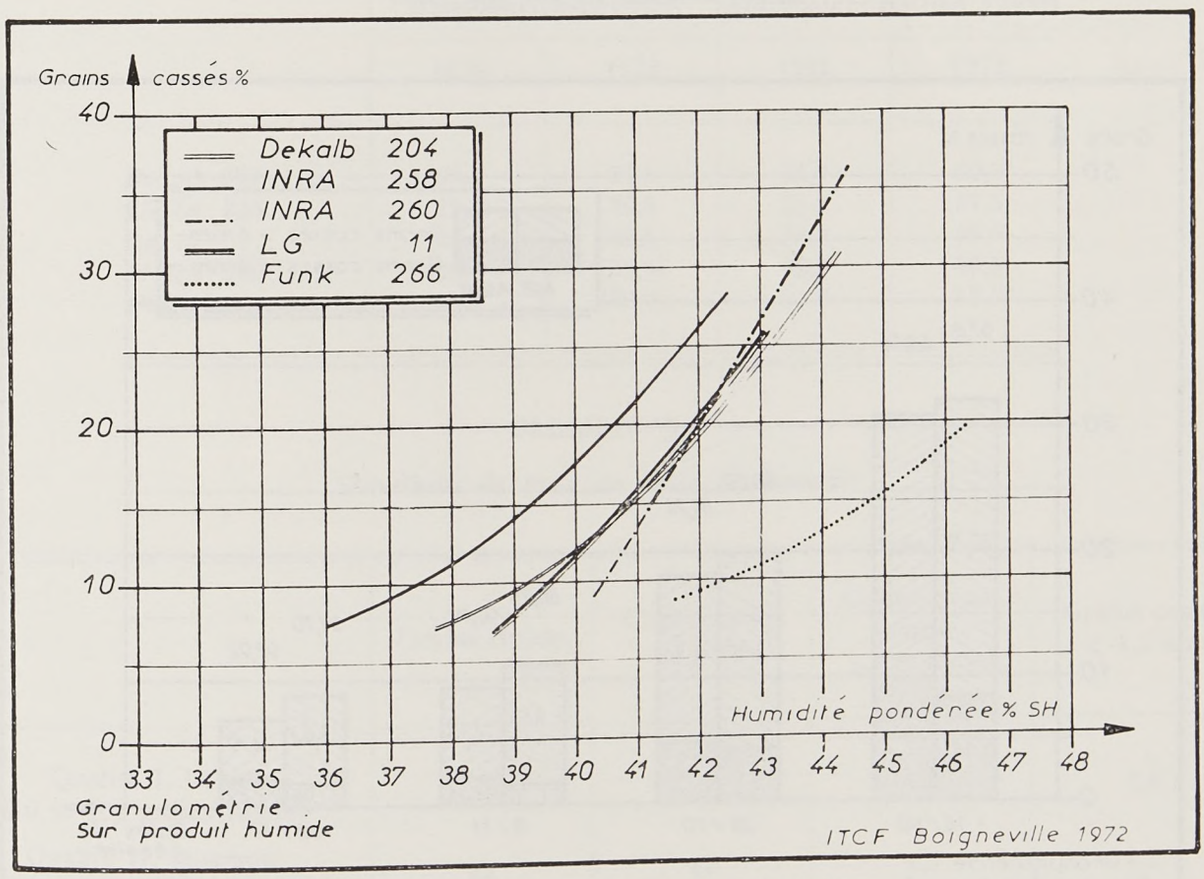


FIG. 5. — *Automoteur-batteur à maïs*

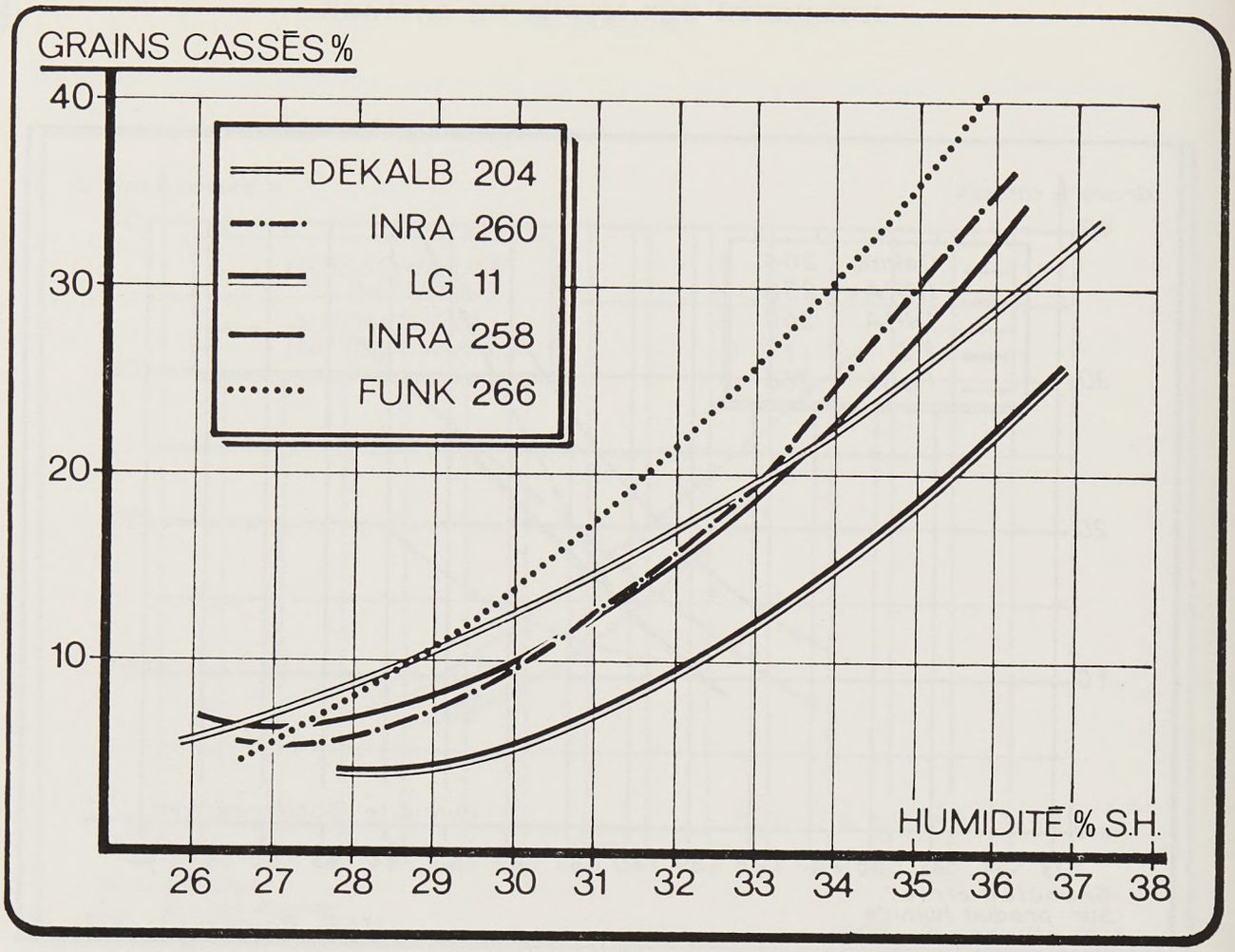


FIG. 6. — *Pourcentage de grains de maïs cassés après récolte mécanique à la moissonneuse-batteuse en fonction de l'humidité et sur cinq variétés*
(grain humide. Boigneville 1971)

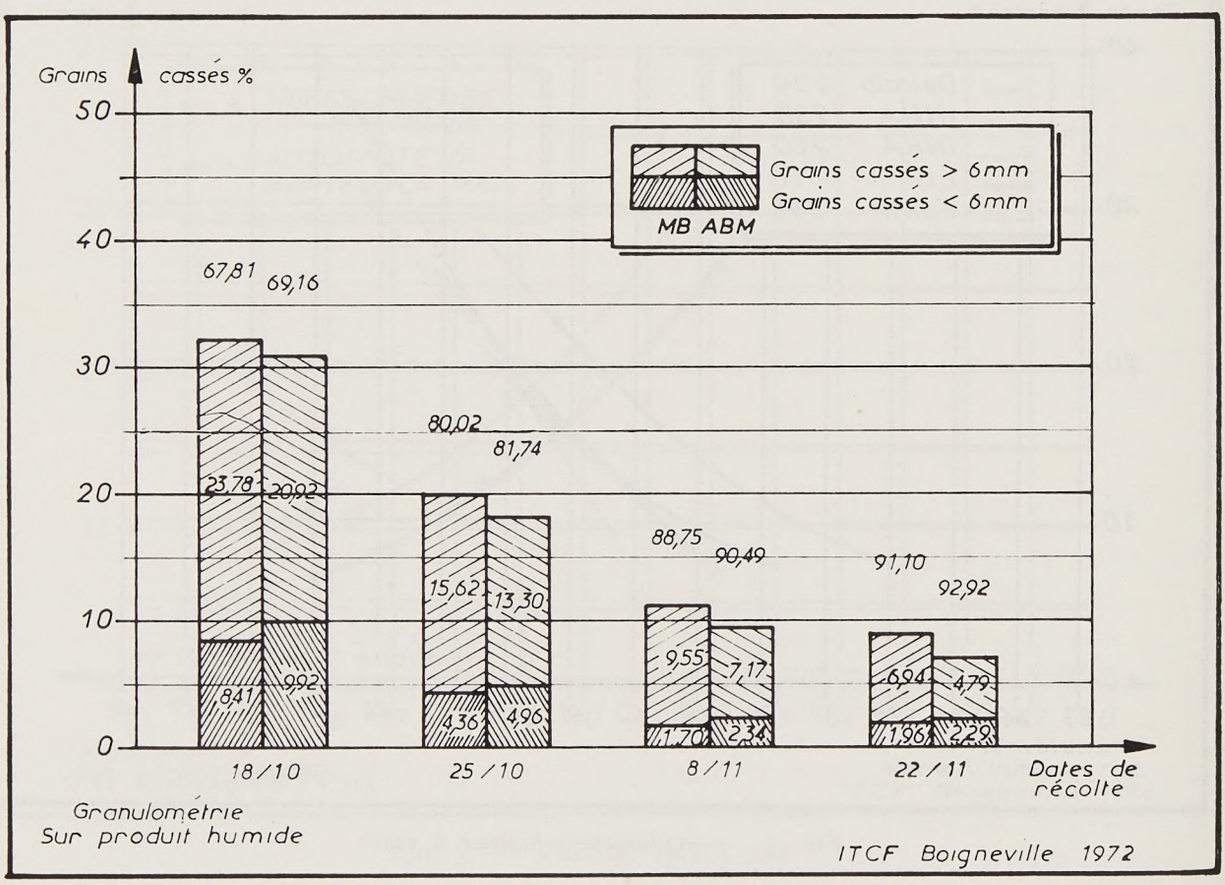


FIG. 7 — *Variété:* Dekalb 204

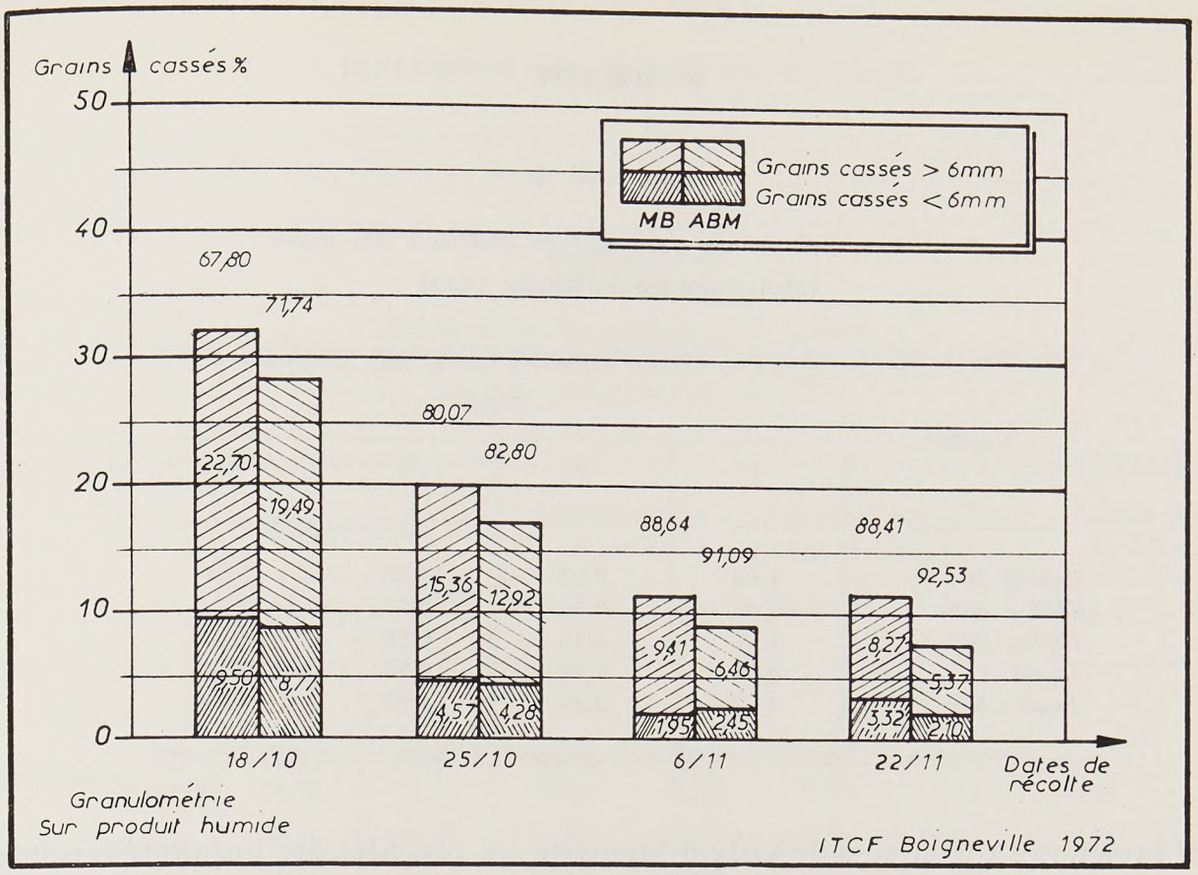


FIG. 8. — *Variété:* INRA 258

TABLEAU 2

Humidité en p. 100 SH à laquelle on obtient en granulométrie humide 90 p. 100 de grains entiers

	Moissonneuse-batteuse		Automoteur-batteur à maïs	
	1971	1972	1971	1972
Dekalb 204	28,7	37,4	31,0	39,0
INRA 258.....	29,5	36,0	31,2	37,5
Lg 11	32,5	38,5	34,0	39,5
INRA 260.....	29,5	(39,5)	31,5	40,5
Funk's 266.....	28,8	(38,0)	31,0	42,5

TABLEAU 3

Standards de taux de casse en humide

	Grains entiers	Grains cassés > 6 mm	Grains cassés entre 4,5 et 6 mm	Grains cassés < 4,5 mm
Qualité I, bonne (10 p. 100 grains cassés)	90	8	1,0	1,0
Qualité II, moyenne (15 p. 100 grains cassés)	85	12	1,5	1,5
Qualité III, médiocre (20 p. 100 grains cassés)	80	15	2,5	2,5

TABLEAU 4

Taux d'impuretés humides en fonction des dates
(Moissonneuse-batteuse 1972)

Variétés	Dates			
	1	2	3	4
Dekalb 204	1,05	0,93	0,50	1,02
INRA 258	2,03	0,95	0,75	0,89
INRA 260	1,87	2,15	0,96	1,25
Lg 11	0,61	1,22	0,71	0,42
Funk's 266	2,93	2,58	1,97	1,94

Il faut noter qu'en 1972 le taux d'humidité (p. 100 SH) des impuretés était très élevé : 67 à 80 p. 100 pour une moyenne de 75 p. 100.

En 1971, le taux d'impuretés était moins élevé, d'environ 35 p. 100. Les variétés étaient dans le même ordre sauf inversion entre *INRA 258* et *INRA 260*. Le niveau d'humidité était moins élevé : 50 à 67 p. 100 pour une moyenne de 63 p. 100 ; c'est donc l'humidité des impuretés qui explique les variations entre 1971 et 1972.

2. *Relation entre granulométrie humide et à sec.*

Le tableau 5 donne pour 2 dates (date 1 et date 3 — 1972) le taux des grains entiers et grains cassés de diverses catégories pour 3 variétés. La granulométrie humide est obtenue en ramenant à 15 p. 100 l'humidité des diverses catégories de grains entiers et cassés, la granulométrie en sec est celle mesurée après traitement au conditionneur séchant lentement à l'air ambiant légèrement réchauffé.

On observe des écarts beaucoup plus sensibles à la date 1 qu'à la date 3 et des variations importantes pour une même variété entre moissonneuse-batteuse et automoteur-batteur à maïs. Il est normal que les grains entiers restent relativement constants et qu'un glissement soit observé entre grains cassés ; du fait du séchage, une partie des gros grains cassés > 6 mm passe dans la catégorie comprise entre 4,5 et 6 mm et, de plus, cette catégorie glisse vers les grains cassés $< 4{,}5$ mm. Mais le glissement apparaît plus important avec la moissonneuse-batteuse, et là aussi le comportement des variétés intervient. *Lg 11* semble mieux résister au batteur à battes que les 2 autres variétés précoces. Un autre facteur joue également : l'hétérogénéité des humidités réelles appliquées aux diverses classes de grains. Nous en verrons les effets plus loin quant à la comparaison des deux batteurs, mais ici le facteur humidité intervient dans le rapport humide/sec pour les 2 classes < 6 mm : il réduit leur importance dans les catégories battues par l'ABM car celles-ci sont plus humides que les catégories analogues obtenues avec la moissonneuse-batteuse (tabl. 6).

3. *Expression mathématique de la casse en fonction de l'humidité.*

On a pu établir pour chaque variété et pour chaque machine une équation qua-

TABLEAU 5

Répartition des catégories de grains mesurées par granulométrie humide ramenée à 15 p. 100 ou par granulométrie en sec

		Grains entiers		Grains cassés > 6 mm		Grains cassés entre 4,5 mm et 6 mm		Grains cassés < 4,5 mm	
		H 15 %	Sec	H 15 %	Sec	H 15 %	Sec	H 15 %	Sec
Date 1									
Dekalb 204	MB .	68,52	66,17	23,04	18,44	3,55	7,07	4,89	8,15
	ABM	70,28	71,66	20,32	14,94	3,79	6,44	5,61	6,92
INRA 258	MB .	68,46	68,27	22,63	19,85	3,66	5,13	5,26	6,71
	ABM	72,56	73,72	19,54	16,08	3,21	3,98	4,69	6,18
Lg 11	MB .	75,68	78,08	18,59	14,41	2,30	2,80	3,43	4,68
	ABM	74,69	75,93	17,66	14,12	2,88	3,56	4,77	6,35
Date 3									
Dekalb 204	MB .	88,99	88,46	9,30	8,36	0,88	2,06	0,83	1,05
	ABM	90,94	90,91	6,93	6,15	1,24	1,17	0,90	1,23
INRA 258	MB.	88,82	88,95	9,29	8,04	1,06	1,83	0,83	1,14
	ABM	91,41	92,04	6,37	5,25	1,10	1,43	1,13	1,25
Lg 11	MB .	89,18	89,05	9,15	8,18	0,90	1,52	0,76	1,20
	ABM	90,07	91,10	7,97	5,82	0,95	1,61	1,02	1,41

TABLEAU 6

Grains cassés < 6 mm. Comparaison humide et sec

		Delkalb 204		*INRA 258*		*Lg 11*	
		MB	ABM	MB	ABM	MB	ABM
Date 1	Humide ..	8,44	9,40	8,92	8,90	5,73	7,48
	Sec	15,22	13,36	11,94	10,16	8,33	11,41
Date 3	Humide ..	1,71	2,14	1,91	2,23	1,66	1,97
	Sec	3,21	2,40	2,97	2,68	2,72	3,02

dratique indiquant soit la somme de grains cassés, soit le taux de casse par classe de granulométrie. La forme générale de cette équation est :

$$y = b_0 + b_1x + b_2x^2.$$

On a pu, avec une corrélation importante, déterminer qu'il s'agissait de segments de paraboles et donner les équations utilisables dans les fourchettes d'humidité considérées. A titre d'exemple, le tableau 7 donne les formules applicables à deux variétés : *Dekalb 204* et *INRA 258* pour la somme des grains cassés, et deux graphiques illustrent ces formules (fig. 2 et 3).

TABLEAU 7

1971			
Dekalb 204	*MB* . . .	$y = 0{,}097\ x^2 - 3{,}702\ x + 163{,}065$	$r = 0{,}953$
	CS	$y = 0{,}101\ x^2 - 4{,}292\ x + 152{,}065$	$r = 0{,}983$
INRA 258	*MB* . . .	$y = 0{,}313\ x^2 - 16{,}533\ x + 112{,}442$	$r = 0{,}989$
	CS	$y = 0{,}117\ x^2 - 8{,}542\ x + 105{,}555$	$r = 0{,}977$
1972			
Dekalb 204	*MB* . . .	$y = 0{,}06\ x^2 - 2{,}09\ x - 2{,}75$	$r = 0{,}94$
	CS	$y = 0{,}37\ x^2 - 26{,}69\ x + 489{,}28$	$r = 0{,}96$
INRA 258	*MB* . . .	$y = 0{,}44\ x^2 - 30{,}56\ x + 541{,}28$	$r = 0{,}95$
	CS	$y = 0{,}29\ x^2 - 19{,}17\ x + 327{,}39$	$r = 0{,}97$

y = Somme des grains cassés.
x = Humidité p. 100 SH.

Une seconde expression mathématique peut être établie en coordonnées double-logarithme où l'on obtient l'équation linéaire du type :

$$\log_{10} Y = a \log_{10} X + b$$

dans laquelle Y = Somme des grains cassés,
et X = Humidité p. 100 SH. (tabl. 8).

TABLEAU 8

1971			
Dekalb 204	*MB* . . .	$\log_{10} Y = 4{,}79 \log_{10} X - 5{,}97$	$r = 0{,}977^{xx}$
	CS	$\log_{10} Y = 4{,}78 \log_{10} X - 6{,}11$	$r = 0{,}974^{xv}$
INRA 258	*MB* . . .	$\log_{10} Y = 5{,}72 \log_{10} X - 7{,}41$	$r = 0{,}986^{xx}$
	CS	$\log_{10} Y = 5{,}90 \log_{10} X - 7{,}81$	$r = 0{,}983^{xx}$
1972			
Dekalb 204	*MB* . . .	$\log_{10} Y = 7{,}15 \log_{10} X - 10{,}27$	$r = 0{,}95$
	CS	$\log_{10} Y = 8{,}21 \log_{10} X - 12{,}05$	$r = 0{,}96$
INRA 258	*MB* . . .	$\log_{10} Y = 6{,}87 \log_{10} X - 9{,}65$	$r = 0{,}94$
	CS	$\log_{10} Y = 7{,}95 \log_{10} X - 11{,}50$	$r = 0{,}95$

Cette équation, parfaitement vérifiée en 1971 sur les 5 variétés, ne l'a été en 1972 que sur les 2 variétés qui ont pu atteindre une maturité convenable (*Dekalb 204* et *INRA 258*). Les figures 9, 10 et 11 donnent la représentation des formules obtenues.

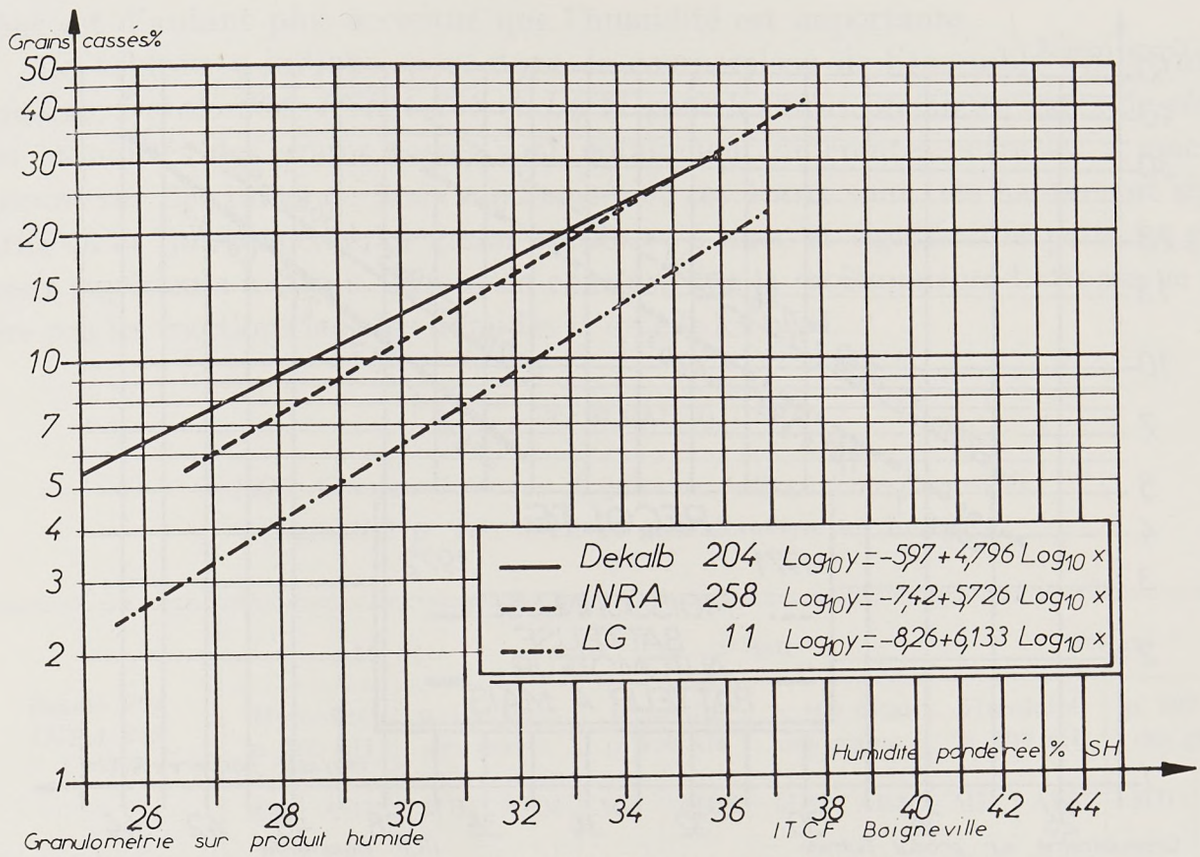


FIG. 9. — *Maïs 1971. Moissonneuse-batteuse*

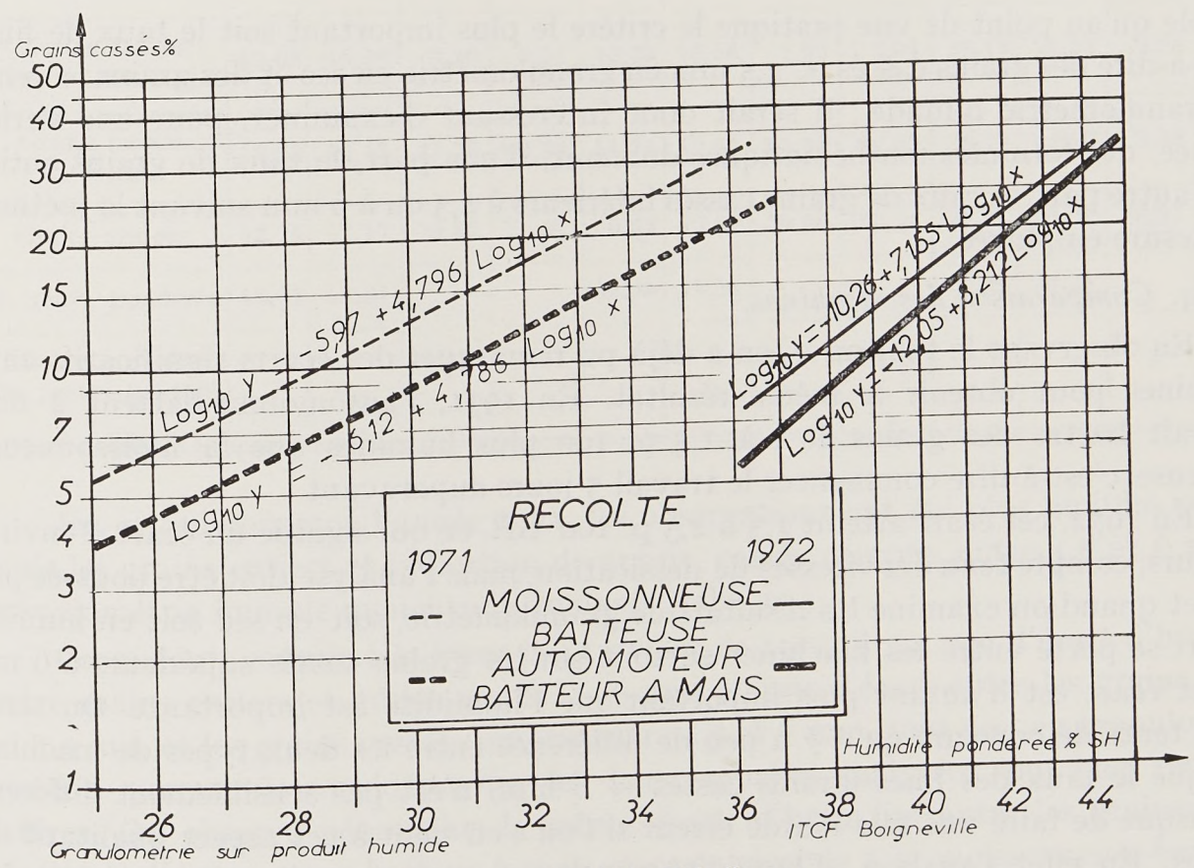


FIG. 10. — *Variété:* Dekalb 204

Ces expressions mathématiques ont l'avantage de comparer facilement les diverses variétés et d'indiquer un comportement différent suivant l'humidité. En effet, le classement des variétés à divers niveaux d'humidité n'est pas toujours le même. Il

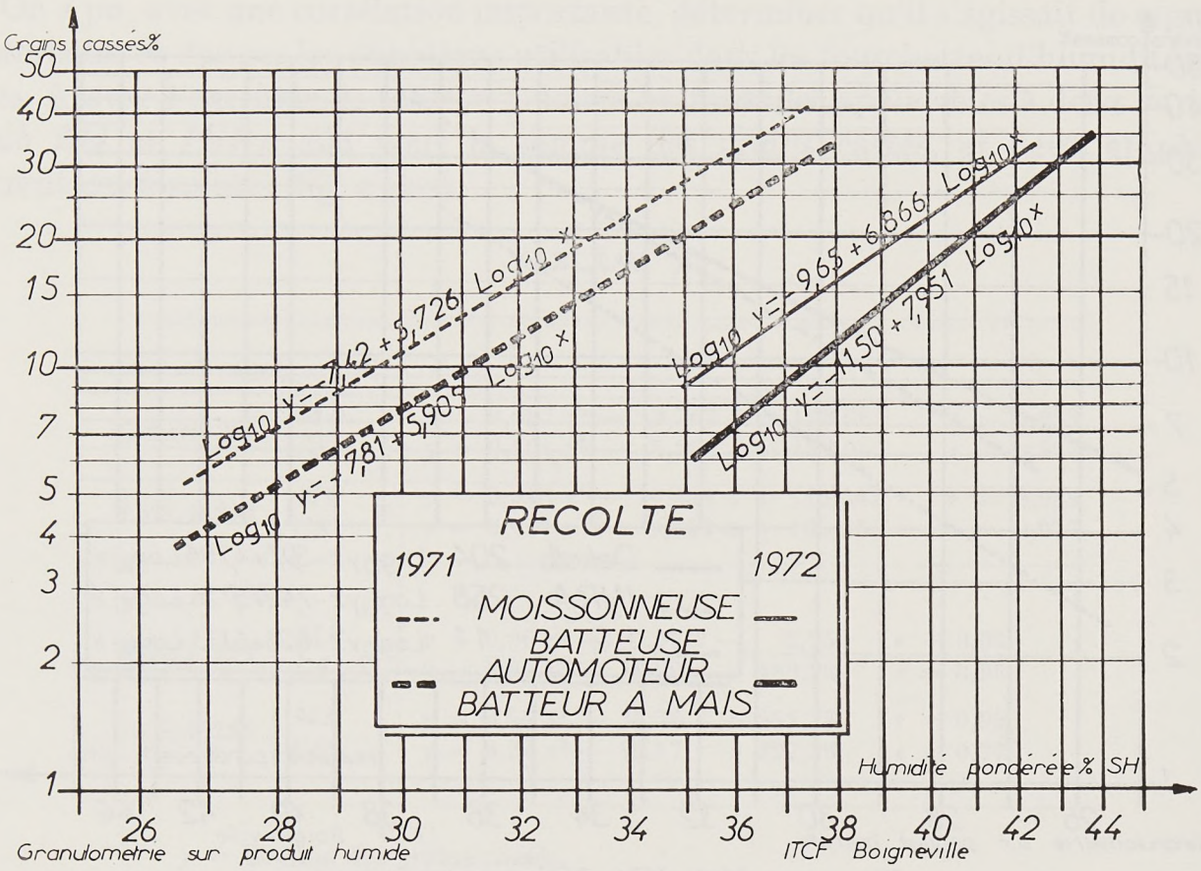


FIG. 11. — *Variété:* INRA 258

semble qu'au point de vue pratique le critère le plus important soit le taux de fines, c'est-à-dire des grains cassés < 4,5 mm en granulométrie en sec et des grains < 6 mm en granulométrie humide ; il serait donc intéressant d'examiner, pour une variété donnée, des formules mathématiques donnant, d'une part, le taux de grains entiers et, d'autre part, le taux de grains cassés inférieurs à 4,5 ou à 6 mm suivant la méthode de mesure employée.

4. *Comparaison des machines.*

En observant le tableau 2, on a déjà pu remarquer des écarts significatifs entre machines pour obtenir le même résultat. En 1971, l'automoteur-batteur à maïs pouvait battre des grains de 1 à 1,5 p. 100 plus humides que la moissonneuse-batteuse, c'est-à-dire commencer le travail 5 jours auparavant.

En 1972, cet écart atteint 1,5 à 2,5 p. 100 SH, ce qui signifie un écart d'environ 11 jours, compte tenu des vitesses de dessication, mais l'analyse doit être poussée plus loin et quand on examine les résultats de granulométrie, soit en sec soit en humide, l'écart se porte entre les machines surtout sur les grains cassés supérieurs à 6 mm et cet écart est d'autant plus important que l'humidité est importante. On serait donc tenté de conclure qu'il y a peu de différence entre les deux types de machines puisque le taux des fines (grains cassés < 6 mm) n'est pas sensiblement différent. On risque de faire une très lourde erreur si l'on s'en tient à cet aspect qualitatif des choses. En effet l'analyse d'humidité par tranches de granulométrie, c'est-à-dire

grains entiers, grains cassés supérieurs à 6 mm, grains compris entre 4,5 et 6 mm, grains cassés inférieurs à 4,5 mm et d'autre part la pesée des quantités obtenues avec l'une ou l'autre machine indiquent qu'en fait la moissonneuse-batteuse pulvérise finement une quantité non négligeable de grains qu'on ne retrouve pas. Ce phénomène est d'autant plus accentué que l'humidité est importante.

Le tableau 9 indique, pour 1972, la comparaison de l'ensemble des 3 variétés précoces, *Dekalb 204*, *INRA 258* et *Lg 11* pour les trois premières dates de récolte. Les humidités des grains cassés sont notamment différentes entre les 2 machines opérant sur des rangs de maïs randomisés et ces écarts sont très hautement significatifs en ce qui concerne les grains cassés < 6 mm, et significatifs pour les grains cassés supérieurs à 6 mm. Il faut en conclure que la moissonneuse-batteuse ne récupère pas les fractions les plus humides et qu'elle les perd.

TABLEAU 9

1972. Comparaison des 2 types de battage pour 3 variétés
(humidité p. 100 S. H. et granulométrie en humide)

Dekalb 204 *INRA 258* *Lg 11*	1re date				2e date				3e date			
	Humidité p. 100 SH		p. 100 total des grains		Humidité p. 100 SH		p. 100 total des grains		Humidité p. 100 SH		p. 100 total des grains	
	MB	ABM	MB	ABM	MB	ABM	MB	ABM	MB	ABM	MB	ABM
Grains cassés < 4,5 mm	43,69	47,04	4,64	5,41	43,96	49,00	2,65	2,72	39,93	45,98	0,83	1,15
Grains cassés entre 4,5/6 mm	42,68	46,38	3,20	3,51	42,39	46,56	1,99	2,01	39,19	44,53	0,98	1,22
Grains cassés > 6 mm	43,33	43,47	21,73	19,39	41,76	42,65	15,36	12,99	38,79	39,50	9,39	7,24
Grains entiers	42,14	42,17	70,39	71,64	40,62	40,68	79,96	82,24	37,74	37,94	88,77	90,35
H. moy. pondérée	42,47	42,81			40,90	41,28			37,86	38,21		
Niveau probable des pertes (p. 100)			7					4,5			2	

En ce qui concerne l'année 1971, les observations ont été plus limitées puisque seuls les grains entiers et la portion de grains cassés compris entre 4,5 et 6 mm en granulométrie humide avaient été analysés (tabl. 10.)

Cependant, comme à la lueur des travaux de 1972, il y a peu d'écart d'humidité entre grains entiers et grains cassés > 6 mm et peu d'écart entre les grains cassés < 4,5 mm et les grains cassés compris entre 4,5 et 6 mm, tout ceci en granulométrie humide, permet de considérer que les deux tranches analysées sont bien représentatives. On observe néanmoins le même écart d'humidité entre les grains cassés récoltés à l'automoteur-batteur à maïs et ceux récoltés à la moissonneuse-batteuse.

Cet écart va de 1 à 4 points toujours dans le même sens pour les humidités importantes, c'est-à-dire supérieures à 32 p. 100 SH. A partir de cette humidité, on observe une inversion pour la moissonneuse-batteuse où l'humidité des grains cassés devient inférieure à celle des grains humides.

Par contre, pour le cas de l'automoteur-batteur à maïs, pratiquement les grains cassés ont toujours une humidité supérieure aux grains entiers, sauf pour une variété, et à des niveaux d'humidité très bas ; il s'agissait du *Dekalb 204* vers 25 p. 100 à la date 4.

TABLEAU 10

1971. Humidités grains entiers et grains cassés p. 100 SH.

	Date 3		Date 4	
	Grains entiers	Grains cassés	Grains entiers	Grains cassés
Dekalb 204 MB	29,29	26,67	25,24	23,08
Lg 11 MB	30,29	28,16	27,67	25,82

Quelles conclusions peut-on tirer de ces écarts d'humidité entre grains cassés et grains entiers en fonction du niveau d'humidité? Il semble bien que le phénomène se révèle être de forme parabolique. Vers les humidités élevées, des machines cassent les grains plus humides ; il existe une plage neutre entre 25 et 30 p. 100 suivant les machines et les variétés et, en dessous de cette plage, les batteurs commencent à casser les grains les plus secs.

Il est évident que ce phénomène n'a pas pu être vérifié en 1972, mais 1971, qui avait été une année exceptionnellement favorable, a permis de le vérifier puisque certaines variétés ont pu atteindre 25 à 27 p. 100 d'humidité à la dernière date de battage.

e. *Conclusion.*

En ce qui concerne l'interaction variétés de maïs/type de batteur/humidité, on peut formuler les conclusions suivantes.

L'humidité d'un maïs ne rend pas compte de son aptitude au battage.

L'effet de l'année : époque de maturité, vitesse de dessiccation conditionnées par les conditions météorologiques, est capital.

Les variétés n'ont pas le même comportement, non seulement vis-à-vis de l'humidité mais aussi vis-à-vis de l'effet année et vis-à-vis de l'effet batteur.

Le batteur spécifique du maïs (type cage) provoque moins de brisures que le batteur à battes (type moissonneuse-batteuse) et ceci est d'autant plus accentué que le maïs est sensible à la casse. De plus, une bonne partie des brisures provoquées par la moissonneuse-batteuse est perdue.

Des expressions mathématiques simples, soit équation du second degré, soit équation linéaire en coordonnées double-logarithme, permettent de rendre compte du phénomène.

B. — *Essais de réglage*

Des essais ont été poursuivis en ce qui concerne les relations vitesse du batteur/écartement batteur - contre-batteur.

Il est facile, pour une variété donnée, de préconiser un réglage qui permettrait d'obtenir une qualité maximum du grain. Cependant, il faut tempérer ce point de vue de l'aspect pertes sous forme de grains restant attachés aux rafles.

Le problème est donc de lier le réglage des batteurs, vitesse, écartement, aux pertes par imbattus et de fixer un minimum acceptable pour ces pertes.

a. *Technique expérimentale.*

Les essais ont été menés avec les mêmes protocoles généraux que l'essai sur les variétés, mais seulement à la date 3 et avec 4 variétés (*INRA 258, INRA 260, Lg 11, Funk's 266*). La parcelle d'essai était de 250 m de long, la vitesse d'avancement pour les 2 machines de 3,5 km/h.

Pour la moissonneuse-batteuse, on a testé les réglages suivants.

Vitesse de rotation du batteur : 600-700-800-900 tr/mn.

Écartement batteur - contre-batteur en mm :

		Entrée	*Sortie*
		—	—
Réglage	1	30	14
	2	27,5	12,5
	4	23	9,5
	6	19	6,25

Les écartements furent testés aux rotations 600 et 700 tr/mn. Pour 800 tr/mn, seuls 1, 2, 4 furent testés. Pour 900 tr/mn, seuls 1 et 2 furent testés.

En ce qui concerne l'automoteur-batteur à maïs, les paramètres expérimentés sont indiqués ci-dessous.

Vitesse de rotation du batteur : 600-750-900-1 100 tr/mn.

Écartement batteur - contre-batteur :

position 2, écartement 45 mm : les 4 régimes,
position 1, écartement 35 mm : 900 tr/mn,
position 3, écartement 55 mm : 900 tr/mn.

Les pertes ont été déterminées comme suit. Sur chaque parcelle élémentaire de 250 × 2,40 m, les épis laissés ont été mesurés sur 3 fois 40 m², les grains libres et les grains sur rafles sur 3 fois 3 m².

Les échantillons ont été traités comme dans l'essai précédent mais la granulométrie a été mesurée manuellement sur grains séchés au conditionneur. Les résultats furent mis sur cartes perforées et analysés statistiquement avec l'aide d'un ordinateur IBM 1130.

Le problème est de combiner effets du battage sur le taux de casse et sur le taux de pertes par grain resté sur rafle. Or les essais eurent lieu à des taux d'humidité importants : *INRA 258*, 36,6 ; *Lg 11*, 39,3 ; *INRA 260*, 41,6 et *Funk's 266*, 42,0 p. 100 S. H., d'où les difficultés pour bien interpréter les résultats.

Les critères utilisés pour déterminer les meilleurs réglages étaient les pertes

sur rafles, les grains cassés < 6 mm, les grains cassés > 6 mm et enfin le taux d'impuretés.

Les objectifs que l'on peut se fixer sont, pour les pertes de grains laissés sur rafles, de 0,5 p. 100 du rendement sur pied et pour les impuretés < 0,5 p. 100 du total (grains cassés + impuretés). Bien entendu, les grains cassés doivent atteindre une valeur minimale.

b. *Discussion des résultats.*

En fait, c'est la force d'arrachement du grain qui joue. La variété *Funk's 266* se bat plus facilement que les 3 autres et autorise des réglages qui permettent de minimiser le taux de casse. Les autres variétés, *INRA 258*, *INRA 260* et *Lg 11* peuvent être regroupées et n'autorisent pas l'utilisation de tous les réglages en ce qui concerne la vitesse de rotation car le taux de pertes devient rapidement important. La figure 12 obtenue en composantes principales rend compte des résultats intéressants en regroupant les 3 variétés ayant le même comportement.

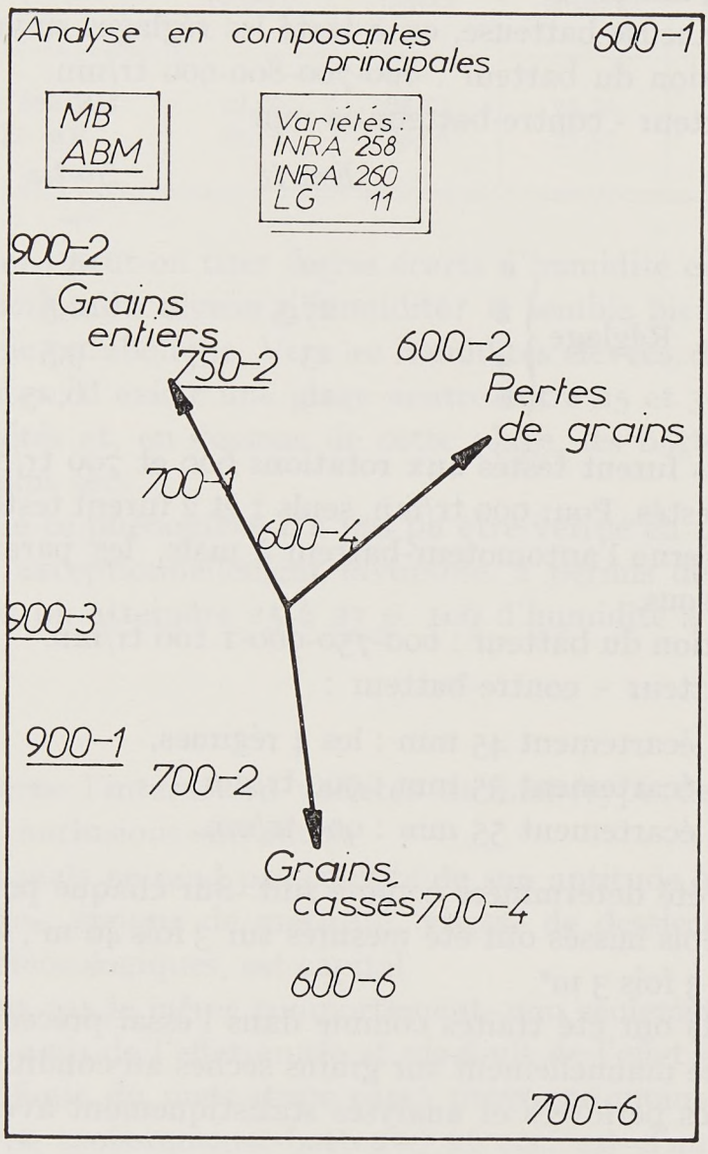


FIG. 12. — *Position des différents réglages*

On est amené à éliminer, dans la moissonneuse-batteuse, les régimes les plus élevés : 800 et 900 tours et 1 100 tours pour l'automoteur-batteur. Les écartements batteur - contre-batteur les plus petits augmentent le taux de casse et le taux d impuretés

si bien qu'en fait on est ramené, suivant la variété, à quelques combinaisons relativement limitées qui, pour la moissonneuse-batteuse, comprennent le régime 600 tours avec les écartements 2 et 4, le régime 700 tours avec les 2 écartements 1 et 2. Pour l'automoteur-batteur, les régimes 750 et 900 tours, écartement 2, semblent les seuls intéressants.

Le second aspect est les pertes ; la difficulté est dans la pondération des catégories grains cassés ; en effet, si l'on considère la granulométrie en sec, on peut estimer que les fines < 4,5 mm seront perdues vraisemblablement sous forme de freintes lors des opérations de séchage, manutention et nettoyage avant que le grain soit définitivement commercialisé. Les fines entre 4,5 et 6 mm ont des chances d'être conservées, passant en partie dans les fines de 4,5 mm en sec, donc en subissant des réfactions commerciales. On peut donc admettre vraisemblablement, comme critère de perte, la somme des grains cassés < 4,5 mm et les grains laissés sur rafles, en ce qui concerne le jugement des conditions de battage.

Il faut mettre à part le cas de *Funk's 266* qui, compte tenu de sa facilité de battage, autorise les réglages comportant la vitesse la moins élevée et l'écartement batteur - contre-batteur le plus important (soit pour la moissonneuse-batteuse, 600-1). On aura donc la préférence pour les régimes 600 tours avec écartement 1 bien que, statistiquement parlant, les 3 autres régimes 600-2, 700-1 et 700-2 ne soient pas différents.

Pour les 3 autres variétés, en les regroupant, on sélectionne 4 réglages qui ne sont pas différents sur le plan des pertes, cependant 700-2 casse davantage de grains (tabl. 11).

TABLEAU II

Réglages optimaux pour le groupe INRA 258, INRA 260, Lg 11 et caractéristiques du battage

Réglage		1	2	3	2 + 3	4	5	6	5 + 6
Vitesse (tr/mn)	Écartement (mm)	Impuretés (p. 100)	Perte : Grains sur rafle (p. 100)	Grains cassés < 4,5 (p. 100)	(p. 100)	Grains entiers (p. 100)	Grains cassés > 6 mm (p. 100)	Grains cassés 4,5 à 6 (p. 100)	(p. 100)
600 (2)	27,5/12,5	0,20	0,54	1,12	1,67	88,96	8,31	1,58	9,89
600 (4)	23/9,5	0,21	0,33	1,28	1,61	88,31	8,81	1,54	10,36
700 (1)	30/14	0,19	0,24	1,25	1,49	88,57	8,76	1,59	10,35
700 (2)	27,5/12,5	0,31	0,13	1,04	1,27	86,83	10,13	1,74	11,87

c. *Conclusion.*

Les réglages sont différents selon que la variété de maïs est plus ou moins difficile à battre (ceci est exprimé par la force d'arrachement du grain hors de la rafle).

Dans le cas de maïs facile à battre, on peut recommander les vitesses de rotation

du batteur les plus faibles et les écartements batteur - contre-batteur les plus larges.

Pour les maïs difficiles à battre, les pertes par grains imbattus sur rafles limitent la liberté de l'opérateur de même que le taux de fines brisures < 4,5 mm. Les réglages optimaux sont donc un compromis, qui dans le cas de l'essai donnent 4 réglages possibles.

C. — *Essais de types de becs en relation avec le taux de verse*

En 1971, ce type de travail n'avait rien donné, on n'avait jamais pu observer de verse à maturité et les 2 types de becs cueilleurs à becs courts (corn-header pour moissonneuse-batteuse) et à becs longs type corn-picker sur automoteur-batteur à maïs. Par contre, en 1972, les violentes tempêtes des 11 et 12 novembre ont rendu ces essais tout à fait intéressants.

Déjà, par des observations faites lors de tests sur variétés ou en regroupant les 5 variétés à 4 dates, on obtient un tableau qui montre bien l'effet de la verse sur les pertes à la récolte et les écarts entre les 2 types de becs (tabl. 12).

TABLEAU 12

Pertes dues à la verse dans l'essai variété (1972)

Date	Taux de verse p. 100	Perte en p. 100 Moissonneuse-batteuse	Perte en p. 100 Automoteur à maïs
1	2,2	0,28	0,36
2	6,6	0,20	0,64
3	24,6	3,8	1,32
4	82,4	22,47	10,14

Il est évident que l'emploi des becs longs devient justifié lorsque des risques de verse deviennent très importants.

Un essai spécial a été fait lors d'une verse quasiment totale, sur *Dekalb 204* versé à 98 p. 100 avec, comme variable, la vitesse.

Le tableau 13 donne les chiffres obtenus et on s'aperçoit qu'il y a, pour chacune des machines, des plages où les pertes sont minimisées.

Pour la moissonneuse-batteuse, il s'agit de la vitesse 3,4 km alors que pour l'automoteur-batteur à maïs, il s'agit de la vitesse de 3,7 km. On retrouve aussi des écarts significatifs entre les 2 types de becs et la supériorité du bec long devient importante lorsque le taux de verse atteint 25 p. 100.

La détermination des pertes à l'égrenage est difficile à apprécier, néanmoins, lors des essais de réglages de batteurs où des mesures plus précises ont été faites, on indique que cette perte à l'égrenage est relativement importante puisqu'elle est comprise entre 0,67 et 2,43 q/ha.

On s'aperçoit que les variétés qui se battent le plus facilement (*Funk's 266*) donnent des pertes par égrenage aux rouleaux-cueilleurs significativement plus élevées que toutes les autres dans une série d'essais.

Si l'on observe ensuite les écarts entre machines suivant les variétés, celles-ci vont dans un sens ou dans un autre. On distingue, en fait, deux groupes : *INRA 258* et *Funk's 266* qui sont faciles à battre et où les rouleaux du type corn-picker

TABLEAU 13

Pertes provoquées par la verse et vitesse de récolte

Vitesse (km/h)	Moissonneuse-batteuse		Corn-sheller	
	t/ha	p. 100	t/ha	p. 100
2,2	1,769	27,2	0,324	5,0
2,7	1,497	23,0	0,219	3,38
3,4	0,862	12,6	0,417	6,4
4,2	1,814	28,9	0,957	14,8
5,5		22,9	2,00	7,24

égrènent plus que les rouleaux du type corn-header, alors que, pour les deux autres variétés plus dures à battre, les écarts sont significatifs une fois sur deux dans l'autre sens.

D. — *Évolution des pertes*

L'année 1972 a été fort intéressante pour montrer l'évolution des pertes en fonction des dates de récolte, d'autant que celles-ci furent séparées par une tempête qui en augmentant le taux de verse permit d'apprécier les pertes obtenues lorsque l'on diffère trop la récolte (tabl. 14).

Dans les pourcentages de ce tableau, la valeur de référence = 100 est la valeur obtenue par la récolte à l'automoteur-batteur à maïs à la date 3 qui a donné le rendement maximal.

Ce tableau, en fait, regroupe 3 variétés : *INRA 258, Lg 11* et *Dekalb 204*. A titre indicatif les humidités moyennes des grains étaient de 43 p. 100 à la date 1, 38 p. 100 à la date 3 et 37,5 p. 100 à la date 4.

Les principales indications montrent que les pertes importantes à la première date, quand la récolte est trop humide, interviennent surtout sous forme de grains finement cassés < 4,5 mm et sous forme de pertes non identifiées ou invisibles et a donné des pourcentages fort importants. La date 3, où l'on a les chiffres de pertes les plus bas, montre une répartition égale entre toutes les catégories et une valeur minimale pour le total des pertes qui atteint environ 5 p. 100 pour les 2 matériels. Par contre, à la date 4, les pertes d'épis ramassés deviennent les plus importantes. Les autres catégories laissent apparaître des pertes relativement limitées. Ces 3 dates posent le problème du temps disponible ; avant les intempéries, il est certain que l'on peut le régler en employant des variétés plus précoces.

On peut également utiliser des matériels qui peuvent commencer à battre plus tôt, type automoteur à maïs, ou on peut utiliser des matériels beaucoup plus puis-

sants vis-à-vis de la surface qui doit être récoltée. Mais ceci est un problème économique qui ne peut être facilement résolu étant donné qu'il faut que les moyens de séchage du grain suivent le rythme de la récolte.

TABLEAU 14

Niveau des pertes en fonction des dates de récolte
(regroupement *Dekalb 204, INRA 258, Lg 11*)

	Moissonneuse-batteuse		Automoteur-batteur à maïs	
	t/ha	p. 100	t/ha	p. 100
Date 1 : 16 et 18 oct.	1,25	18,5	0,78	10,5
Épis		0,3		0,4
Grains libres		2,8		1,0
Grains sur rafles		1,3		0,5
Grains cassés < 4,5 mm		4,6		5,4
Pertes non identifiées		9,5		3,2
Date 3 : 2 et 8 nov.	0,405	5,8	0,385	5,5
Épis		1,2		1,3
Grains libres		1,2		2,7
Grains sur rafles		0,4		0,3
Grains cassés < 4,5 mm		1,0		1,2
Pertes non identifiées		2		0
Date 4 : 17 et 22 nov.	2,10	31,0	1,19	17,3
Épis		29		15
Grains libres		1,0		1,0
Grains sur rafles		0,2		0,3
Grains cassés < 4,5 mm		0,8		0,6
Pertes non identifiées		—		—

III. — CONCLUSION

Les variétés de maïs ont des comportements différents, variables suivant les années, étant caractérisées par les conditions météorologiques de la fin de la maturation. L'humidité en valeur absolue n'est pas un critère suffisant pour déterminer si un maïs peut être ou non récolté dans des conditions convenables.

Le batteur à cage du type automoteur-batteur à maïs est nettement supérieur au batteur à battes de type moissonneuse-batteuse, surtout lorsque la récolte intervient à des niveaux élevés d'humidité.

Cette différence s'atténue quand la somme des grains cassés est inférieure à 10 p. 100. Le réglage de la vitesse des batteurs et l'écartement batteur - contre-batteur varient suivant les variétés. Il est obtenu quand la somme des grains cassés < 4,5 mm et des grains laissés sur rafles est minimale ; l'objectif souhaitable pour ces 2 valeurs paraît être 1 p. 100 et 0,5 p. 100.

Le choix d'une politique en matière de récolte doit tenir compte des variétés, des équipements de récolte, des équipements de séchage disponibles et du risque de pertes sous forme de verse importantes.

REMERCIEMENTS

Nous remercions MM. Barthelemy, Lasseran, Soffietti et Mlle Samour, pour leur participation importante à l'ensemble des travaux.

SUMMARY

INFLUENCE OF THRASHING TECHNIQUES, AS A FUNCTION OF MOISTURE CONTENT AND VARIETIES, UPON PHYSICAL CHARACTERISTICS OF CORN GRAINS DEVOTED TO STORAGE

The Technical Institute for Cereals and Fodders (I. T. C. F.) realized in 1971 and 1972 a serie of experiments on this theme. Harvest machines consisted of a corn-sheller equiped with a spike-tooth cylinder (cage type) and a combine-harvester equiped with a rasp-bar cylinder. Five maize varieties were tested : *INRA 258, INRA 260, Lg 11, Dekalb 204, Funk 266.*

The two different types of machines were used at the same time during field experiments, and the grain samples for analysis were collected 4 or 5 times at each run. Besides moisture content, the studied parameters were the cylinder rotation speed, the field running speed, the concave-cylinder clearance. The determinations on the samples were as follows : moisture content, classification of damaged and broken kernels, rate of impurities ; measurements were made on wet grain and on ambiant air dried kernels.

The main results show that the spike-tooth cylinder breaks less than the rasp-bar cylinder for a given variety and moisture content ; this difference tends to increase when moisture content rises (slight at about 25 p. 100, it gets important around 35 p. 100). A general mathematical formula has been set up to express the kernel breakage rate (Y) in relation to the moisture content (X)

$$\log_{10} Y = a \log_{10} X + b$$

in which the factors a and b change with the different varieties and types of cylinders.

This study also shows the variability in the thrashing behaviour of the different corn varieties; the grain moisture content is not therefore a valuable criterion for determining the aptitude of a maize variety to be harvested under correct standards as for the rate of breakage.

ZUSAMMENFASSUNG

EINFLUSS DES DRESCHVERFAHRENS AUF DIE PHYSICHEN EIGENSCHAFTEN DER FEUCHTGEERNTETEN UND ZUR LAGERUNG BESTIMMTEN MAISKÖRNER

Das « Institut Technique des Céréales et des Fourrages » (Technisches Institut für Getreide und Halmfutter) hat in den Jahren 1971 und 1972 eine Reihe von Versuchen über dieses Thema durchgeführt. Zur Ernte wurden zwei Maschinentyps eingesetzt : eine selbstfahrende Dreschmaschine mit Stiftentrommel und ein Mähdrescher mit Schlagleistentrommel. Es wurden Versuche an 5 Maissorten durchgeführt : *INRA 258, INRA 260, Lg 11, Dekalb 204, Funk 266.*

Beide Maschinen wurden gleichzeitig auf dem Feld eingesetzt, die Kornproben regelmässig mit einer 4 oder 5-fachen Wiederholung abgenommen. Ausser der Kornfeuchtigkeit wurden folgende Parameter untersucht : Drehzahl der Dreschtrommel, Fahrgeschwindigkeit, Abstand zwischen Dreschtrommel und Dreschkorb. An den Kornproben wurden Feuchtigkeit, Kornbeschädigung, Kornbruch und Besatz gemessen und zwar bei feuchtem und bei durch Belüftung getrocknetem Körnermais.

Nach den Ergebnissen kommt zum Vorschein, dass die Stiftentrommel bei gegebener Feuchtigkeit das Korn weniger beschädigen als die Schagleistentrommel. Der Unterschied wird noch grssöer bei steigender Feuchtigkeit (schwach bei 25 p. zent, sehr hoch bei 35 p. zent). Es wurde eine allgemeine mathematische Formel, zur Berechnung des Bruchgehalts der Körner Y in Abhängigkeit der Feuchte X aufgestellt

$$\log_{10} Y = a \log X +_{10} b$$

wo die Beiwerte a und b für jeden Dreschtrommeltyp ändern.

Diese Untersuchung bringt die Variabilität des Verhaltens verschiedener Maisarten zum Vorschein. Die Feuchtigkeit ist demnach ein schlechter Bestimmungsfaktor für die Dreschfähigkeit des Maiskorns, vom Gesichtspunkt des Bruchkorngehalts aus gesehen.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Byg D. M., Hall G. E., 1968. Corn losses and kernel damage in field shelling of corn. *Transactions of the A. S. A. E.*, nº 2.

Hall G. E., Johnson W. H., 1970. Corn kernel crackage induced by mechanical shelling. *Transactions of the A. S. A. E.*, nº 1.

Johnson W. H., Lamp B. J., Henry J. E., Hall G. E., 1963. Corn harvesting performance at various dates. *Transactions of the A. S. A. E.*, nº 3.

Jouin C., Maquet E., 1964. Résultats d'expériences sur la récolte du maïs à l'état grain. *VIe Congrès international du Génie rural*, Lausanne.

Waelti H., Buchele W. F., 1969. Factors affecting corn kernel damage in combine cylinders. *Transactions of the A. S. A. E.*, nº 1.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (3), 211-216.

EL DAÑADO DEL GRANO EN LA COSECHA MECÁNICA DE MAÍS (*ZEA MAYS* L.)

C. A. DE DIOS

Estación experimental agropecuaria I. N. T. A.,
Pergamino (Argentina)

INTRODUCCIÓN

El empleo de la cosechadora combinada automotriz (combine) para la cosecha del maíz es una práctica que fué iniciada en la Argentina hacia el año 1945 al diseñarse una plataforma especial adaptada para este cultivo (Gomez Araujo, 1962). En la actualidad, el 95 p. 100 de la superficie sembrada con maíz se cosecha de esta forma. Este procedimiento se está difundiendo por todo el mundo.

La cosechadora automotríz demostró una eficiencia muy aceptable para la trilla del maíz, y al mismo tiempo permitió aumentar considerablemente el uso anual de la máquina, ya que en Argentina el maíz se cosecha en épocas no coincidentes con la cosecha de cereales finos.

En los últimos tiempos se ha difundido la tendencia de la cosecha temprana (a partir de mediados de febrero y hasta fines de marzo), cuando el maíz contiene todavía un buen porcentaje de humedad (Damilano, 1967). La cosecha mecánica en estas condiciones está ocasionando al grano un deterioro o daño que es más importante que el que se producía cuando se cosechaba seco, y que viene a agravar los problemas de la conservación del mismo producto.

El grano de maíz con elevado porcentaje de humedad es más blando y tiene un volúmen algo mayor que el grano seco. Entonces está más expuesto al daño mecánico que le ocasiona el cilindro trillador. Igualmente, su trillá exige más esfuerzo, lo que significa también una acción más enérgica.

El daño o deterioro se manifiesta tanto en la proporción de granos rotos o quebrados como en las alteraciones que se producen en el epicarpio del grano (raspaduras y escoriaciones), y en otras como fisuras o resquebrajaduras del endosperma. Mucho de este daño solo puede ser detectado observando con detención los granos, mejor aún con una lente de aumento.

El epicarpio del grano es un protector del mismo. Si este es dañado, aunque sea poco, ese daño constituye un foco por donde puede penetrar la infección de

hongos, mohos y bacterias, que constituyen los principales factores de futura descomposición del grano.

Es un hecho comprobado que los granos, cuanto más sanos y limpios salgan de la máquina cosechadora, pueden conservarse, antes del secado, sin sufrir alteraciones, un tiempo doble que los granos dañados (SAUL y STEELE, 1966), a igual porcentaje de humedad. Esto tiene mucha importancia, como puede deducirse, en el trabajo de las plantas de secado y almacenaje.

AJUSTES Y RECOMENDACIONES

El daño mencionado puede ser disminuído considerablemente si se adoptan una serie de recaudos en cuanto al uso y ajuste de los distintos mecanismos de la cosechadora, y se incorporan algunas modificaciones o accesorios a dicha máquina (DE DIOS, 1972). A continuación, se los discute :

a) Las rpm (revoluciones por minuto) del cilindro trillador deben elegirse de acuerdo al tipo de maíz, a la humedad que contenga el grano, y al diámetro del cilindro. De acuerdo a nuestras condiciones, las rpm pueden seleccionarse del cuadro 1.

CUADRO 1

Revoluciones por minuto (rpm) *del cilindro de la cosechadora de maíz* (para cilindro tipo inglés, de ocho barras batidoras, de tipo abierto)

Humedad del grano	Maíz colorado (flint)		Maíz dentado (dent)	
	Diámetro 0,51 m	Diámetro 0,55 m	Diámetro 0,51 m	Diámetro 0,55 m
Menos del 20 p. 100	525	475	325	300
Entre 20 y 25 p. 100	650	600	525	500
Entre 25 y 35 p. 100	800	725	675	625

Un exceso de rpm producirá un daño mayor, y este es un factor que hay que tener en cuenta muy especialmente. Por el contrario, un menor número de rpm hará una trilla menos eficiente.

b) La luz existente entre el cilindro (barras batidoras) y el cóncavo debe estar también de acuerdo a la humedad del grano, y al grosor promedio de las espigas. Un maíz que tenga entre 25 y 30 p. 100 de humedad debiera tener una luz 5 mm mayor de la usada para maíz seco. Esta mayor luz se compensa con una mayor

velocidad, como se aprecia en el cuadro anterior, con el objeto de no disminuir la eficacia de trilla. Las luces varían entre 28 y 38 mm adelante y entre 20 y 30 mm detrás.

c) El ingreso de las espigas al cilindro debe hacerse en forma paralela a las barras batidoras del mismo para que « rueden » entre cilindro y cóncavo ; así se obtiene la máxima eficacia de trilla, y un menor daño. Si las espigas entran de punta, la trilla es imperfecta, se rompen más fácilmente los marlos, y se dañan en mayor proporción los granos.

Los acarreadores de caucho y tela, que abarcan todo el ancho del embocador resultan más eficientes y producen menos daño.

La base del embocador debe estar agujereada para permitir la caída de la tierra que ingresa con las plantas, y evitar así que ensucie los granos.

d) Los cilindros trilladores de tipo cerrado o semicerrado resultan más eficaces para la trilla del maíz ; al ser cerrados, impiden la penetración de las espigas en su interior, y la posibilidad de mayor rotura de granos por ese motivo. Se fabrican ya cilindros cerrados especiales para maíz. Para estos tipos de cilindros las rpm deben ser menores que las indicadas en el cuadro 1, para reducir el daño a los granos.

e) El retorno de material al cilindro no debiera existir en la cosecha de maíz, ya que este es causante de una elevada proporción de rotura de grano. En las máquinas argentinas el retorno es desviado al sacapajas, y de ahí suele perderse por la cola. Aún así, este retorno produce daño porque las norias y tornillos transportadores de la máquina pueden ocasionarlo también.

El retorno puede evitarse, primero, con una velocidad y una luz de cilindro adecuadas al tipo de maíz ; segundo, empleando zarandas apropiadas y bien reguladas (usando zarandas de agujero algo mayor, o abriendo más la zaranda, se puede disminuir el retorno y el daño).

Igualmente es importante mantener bien limpias las zarandas. En la cosecha de maíz con elevada humedad, la savia de las plantas y del grano pueden formar una pasta pegajosa que se adhiere y tapa las perforaciones de las zarandas, lo que provoca un retorno excesivo y limpieza defectuosa. En este caso hay que hacer la limpieza diaria de zarandas, por lo menos dos veces por día.

f) El marlo debiera salir entero de la cosechadora, no roto. Cuando el cilindro rompe el marlo, paralelamente hay un mayor dañado de grano, y se incrementa el retorno. Cuando se notara mucho marlo roto, se debe aumentar la velocidad del cilindro y aumentar la luz con respecto al cóncavo.

g) Es conveniente que la mazorca sea arrancada por los rolos espigadores sin ser deschalada totalmente, pues esa cobertura actúa como protector contra la violencia del cilindro, y no sobrecarga el sacapajas y zarandas. Lo que no conviene que ingrese a la máquina son los tallos y resto de la planta, hecho que se produce por mala regulación de los rolos espigadores y/o la incorrecta velocidad de avance de la máquina.

h) Para un satisfactorio trabajo del cilindro es necesario que ingrese una carga óptima de espigas en el mismo, la que debe ser contínua, no intermitente. Si no entra suficiente material (velocidad lenta de la máquina, cultivo muy ralo, etc.) se reciente su eficacia y aumenta el daño al grano.

i) El cóncavo puede obturarse o taparse, en cuyo caso el grano no cae, y su acumulación sobre el cóncavo acrecienta la cantidad de deterioro del grano.

j) La rotura o daño del grano en algunos casos puede ser debido a un cilindro no nivelado, a o la luz entre cilindro y cóncavo muy reducida en un costado con respecto al otro.

k) Los cilindros trilladores de 6 o 8 barras batidoras dañan menos el maíz que los de 10 o 12 barras. Se recomienda usar 2 mm más de abertura o luz con los cilindros de 10-12 barras.

l) En algunas oportunidades el dañado de grano se produce porque se trata de llevar a cero las pérdidas de cilindro, es decir, conseguir que salgan marlos sin ningún grano adherido. Hay que pensar que no siempre es conveniente eliminar totalmente las pérdidas de cilindro porque el dañado y las borras de maíz pueden aumentar más de lo necesario.

m) Las barras batidoras del cilindro deben encontrarse en buen estado y niveladas. Si se agregaran al cilindro otras varillas o barras intermedias (filler plates) como suele recomendarse en algunas marcas de cosechadoras, hay que observar que no sean causantes de un mayor dañado de granos.

n) Cosechadoras especiales. Si la necesidad de disminuir el daño al grano fuera una imperativa necesidad (caso de un semillero, por ejemplo) el empleo de una cosechadora equipada con cilindro trillador del tipo usado en las desgranadoras (rotor de hélice y jaula cilíndrica) puede significar una solución ya que es conocido el hecho que, trabajando correctamente, este sistema de trilla produce menos deterioro a las semillas. Existen ya en el mercado cosechadoras automotrices de este tipo.

Asimismo, si se cosechan las espigas enteras con una juntadora de maíz, se secan, y posteriormente son desgranadas, la calidad de los granos resultará mucho mayor. Sin embargo este método tiene el inconveniente de su mayor costo.

MEDICIÓN DEL DAÑADO DE GRANOS

No existe un método normalizado internacionalmente para medir el dañado de granos. La elección del método dependerá del propósito que se tenga, o del sistema que se aplique en cada país en los canales de comercialización.

Pero lo que es importante es la extración de la muestra para dicho análisis. Normalmente, desde el punto de vista de la comercialización, se extrae una muestra de la tolva de la máquina ; esta muestra debe obtenerse del chorro que cae a la tolva proveniente del sistema de limpieza. No es aconsejable sacarla directamente de la tolva porque cuando el maíz cae acumulándose en un tanque o silo, tiende a distribuirse irregularmente, separándose los granos hacia afuera y dejando un cuerpo central con exceso de borra, materias extrañas y granos quebrados.

Observación : Se hace notar que las recomendaciones y ajustes hasta aquí enunciados se refieren casi exclusivamente al dañado de los granos. No se hace mención a medidas similares para evitar las pérdidas de granos, que constituyen quizá la preocupación mayor de los usuarios de las cosechadoras de maíz, pues no es el objetivo de este trabajo.

Sin embargo, esta forma de extración no representa exactamente toda la cantidad de grano dañado y roto que produce la cosechadora. Los granos quebrados, o sea aquellos que son menores que la mitad de un grano, son separados por el cernidor que en muchas cosechadoras existe antes de su entrega a la tolva, y son embolsados después. Este material debe ser incluído, en su correspondiente proporción, al dato anterior.

Igualmente hay una buena proporción de dañado que es arrojado por la cola de la máquina debido a la acción de zarandas y ventilador, que consiste de las partículas más pequeñas de granos (chips). Para poder medirlo, se debe colocar un lienzo grande en la cola de la máquina mientras está trabajando, de manera que pueda ser recogido. Luego debe separarse del material en el lienzo todas las partículas de grano, trabajo en realidad bastante dificultoso, cantidad que debiera también ser sumada a las anteriores. Desde el punto de vista práctico, debido a la dificultad de su medición, esta última determinación puede eliminarse, aunque teniendo en cuenta que su valor puede alcanzar entre 2-3 p. 100.

RÉSUMÉ

ALTÉRATION DU GRAIN PENDANT LA RÉCOLTE MÉCANIQUE DU MAÏS

La détérioration des grains de maïs commence avec la récolte mécanique et est d'autant plus élevée que l'humidité des grains est plus forte. Le grain ainsi endommagé est plus sensible aux processus de détérioration qui se produisent au cours du séchage et du stockage. Un grain sain ou peu endommagé donnera un meilleur produit final.

On indique les réglages les plus convenables concernant la moissonneuse-batteuse de maïs, permettant de réduire au minimum les dégâts causés au grain, dans les conditions de culture en vigueur en Argentine (maïs dur, maïs rouge, maïs corné). Les points suivants sont traités :

— régime du batteur (tr/mn) ;
— écartement batteur-contrebatteur ;
— types de batteur (ouvert, fermé) ;
— types de battes ;
— retour du grain au batteur et au secoueur de paille ;
— alimentation du batteur en épis ;
— nettoyage et réglage du crible ;
— fractionnement des rafles ;
— entrée de matières vertes dans le batteur (spathes, tiges) ;
— détermination des dommages causés au grain ;
— choix de la période de récolte.

SUMMARY

KERNEL DAMAGE IN MECHANICAL MAIZE HARVESTING

Maize kernel damage starts with the mechanical harvesting, being the greater as the higher the moisture content is. The kernel so damaged is more exposed to the deterioration process during drying and storage. A kernel no-damaged, sound, or with small damage, will result in a better final product.

Next, the adjustments more suitable for the maize combine harvester are indicated, in order to decrease to a minimum the grain damage, according to the crop conditions prevailing in Argentina (hard, red maize, flint-type). The following items are explained :

— Cylinder rpm ;
— Cylinder-concave clearance ;
— Types of cylinders (open, closed) ;
— Rasp bar types ;
— Grain return to the cylinder and straw-rack ;
— Feeding manner of ears to the cylinder ;
— Sieve cleaning and adjustments ;
— Cob breaking ;
— Entrance of green material (husks, stalks) to the cylinder ;
— Grain damage measuring ;
— Election of harvesting time.

ZUSAMMENFASSUNG

KORNBESCHÄDIGUNGEN BEI MECHANISCHER KÖRNERMAISERNTE

Die Kornbeschädigung fängt mit der mechanischen Ernte an und nimmt mit steigender Kornfeuchte zu. Das beschädigte Korn ist so noch mehr der Deterioration während der Trocknung und Lagerung ausgesetzt. Das unbeschädigte, gesunde oder wenig beschädigte Korn gibt ein besseres Endprodukt.

Nachstehend werden die gewünschten Regelungen an Mähdreschern für Körnermais angegeben die die Kornbeschädigung auf ein Minimum herabsetzen und den Anbau bedingungen in Argentinien entsprechen (Hartmais, Rotmais, Hornmais). FolgendeP unkte werden erläutert:

— Dreschtrommel U/min ;
— Abstand zwischen Dreschtrommel und Korb ;
— Dreschtrommeltyps (offen, geschlossen) ;
— Schlagleistentyps ;
— Kornrückkehr zur Dreschtrommel und zum Strohschüttler ;
— Förderung der Kolben zur Dreschtrommel ;
— Siebreinigung und Regelungen ;
— Kolbenzerkleinerung ;
— Eintritt von grünem Material (Lieschblätter, Stengel) in die Dreschtrommel ;
— Bestimmung der Kornbeschädigungen ;
— Wahl der Erntezeit.

BIBLIOGRAFIA

Damilano A., Rossi J. D., 1967. Informe preliminar de la incidencia del vuelco en el rendimiento de maíz cosechado en forma mecánica. *Informe Técnico* Nº 59, Estación experimental Pergamino, I. N. T. A.

De Dios C. A., 1972. La cosechadora de maíz. Ajustes y recomendaciones para su correcto uso. (en preparación).

Gomez Araujo J. J., 1962. Contribución a la historia de la industria de la maquinaria agrícola en la República Argentina. La cosecha de maíz con corta y trilla. *Rev. Maquinaria agric.*, **1** (7), Abril. Buenos Aires.

Saul R. A., Steele J. L., 1966. Why damaged shelled corn costs more to dry. *Agric. Eng.*, 326.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (3), 217-221.

PHYSICAL DAMAGE TO CORN (MAIZE) DURING COMBINE HARVESTING AND HEATED AIR DRYING

G. L. KLINE

Agricultural Research Service, Department of Agriculture
Iowa State University, Ames, Iowa 50010 (U. S. A.)

SUMMARY

Samples of new harvest shelled corn were collected from combines on farms and from farm trucks and wagons delivering corn to country elevators. Over 500 samples were collected in the U. S. corn belt during a three-year period. For each sample, information was recorded about combine operation and the corn variety and moisture content. Corn samples were subjected to quality analysis with particular emphasis on physical damage. Sample analysis included official grade with broken corn and foreign material, hand picking for mechanical damage using a fast green dye, broken corn following a breakage test and germination. A similar study was conducted with corn samples collected before and after drying with heated air.

I. — INTRODUCTION

In the United States, a rapid change is taking place in the method of harvesting corn. Instead of harvesting ear corn with a corn picker, much is now being harvested as shelled corn with a combine equipped with a corn head. In 1971, approximately 70 p. 100 of the corn was harvested in the shelled form in the three major corn-producing states of the United States. Accompanying the change in the harvesting method is the rapid adoption of new drying and conditioning procedures for large quantities of high moisture corn.

The United States production of corn now is over five billion bushels (127 million metric tons) annually. About three-fourths of the corn is fed to livestock, and the rest is processed for domestic use or exported to other countries. The latter fourth of the production goes to users who are interested in quality corn, particularly sound corn with a minimum of broken corn and foreign material.

A growing concern is developing about corn quality, particularly about broken corn. Four factors are mentioned as leading to an increase in broken corn : harvesting at high moisture content, high-impact shelling action in combines, drying with heated air and multiple handling of corn in market channels.

II. — STUDY OF CORN HARVESTING AND DRYING

More than 500 samples of shelled corn were analyzed during this study. These samples were collected in the U. S. Corn Belt during the 1969, 1970 and 1971 harvests. Samples were collected from combines on farms and from farm trucks and wagons delivering newly harvested corn to rural elevators. Other corn samples were collected before and after drying in various types of dryers at rural elevators, on farms and at the Iowa State University experimental farms.

For each sample of newly harvested corn, a « Corn Harvest Questionnaire » was completed by the farmer or combine operator. On this questionnaire, information was obtained about the variety and yield of the corn and about the combine, including cylinder speed, concave clearances and harvest rate.

A questionnaire about dryer operation was completed for each pair of corn samples collected before and after drying.

The samples of newly harvested corn and those from dryers were subjected to the same series of tests to provide information about corn quality, especially about mechanical damage. The analyses included determination of official grade (official Grain Standards of the United States, 1970) including broken corn and foreign material, mechanical damage by using a fast green dye and broken corn after a breakage test (McGinty, 1970).

III. — RESULTS

The information provided by the farmer or combine operator on the « Corn Harvest Questionnaire » was as follows.

1. — *Harvest machine*

Seven makes of combines of various sizes and one picker-sheller were used. Of the corn heads used, the two-row corn head with row spacings of 36 to 40 inches (91.4 to 101.6 cm) was the most widely used. However, almost as many four-row corn heads with the same row spacings were used. For 30 inch (76.2 cm) rows, there were three-, four- and six-row corn heads.

2. — *Variety*

The samples represented many corn varieties, with the variety most popular with farmers accounting for less than 10 p. 100 of the samples.

3. — *Yield*

The corn yield estimates ranged from 60 to 160 bushels per acre (3.77 to 10.04 metric tons per hectare).

4. — *Cylinder speeds*

Combine cylinder speeds reported were from 375 to 800 r.p.m. ; most were between 500 and 600 r.p.m. Most combine operators reported that cylinder filler plates were used.

5. — *Concave clearances*

Almost three-fourths of the operators reported that they used a narrower concave clearance setting for the rear than they did for the front. Most of the others used an identical front- and rear-concave clearance setting. Most of the operators used a rear-concave clearance setting of 1/2 to 3/4 inch (1.27 to 1.90 cm).

6. — *Harvest rates*

The average harvest rate reported for the various sizes of combines was as follows :

— for 36 to 40 inch (91.4 to 101.6 cm) row spacings :
  a) two-row corn heads : 190 bushels (4.83 metric tons) per hour ;
  b) four-row corn heads : 371 bushels (9.42 metric tons) per hour ;

— for 30 inch (76.2 cm) row spacing :
  a) three-row corn heads : 272 bushels (6.91 metric tons) per hour ;
  b) four-row corn heads : 358 bushels (9.09 metric tons) per hour ;
  c) six-row corn heads : 475 bushels (12.07 metric tons) per hour.

The harvest rate ranged from 3.0 to 12.5 bushels (0.076 to 0.318 metric ton) per hour per inch (2.54 cm) of cylinder width.

The moisture content of the shelled corn samples collected during harvest ranged from 16.3 to 32.0 p. 100 wet basis. The U. S. official grade of the newly harvested samples usually was established by the factor of moisture content. In no instance was the official grade determined by the factor of broken corn and foreign material. In the official Grain Standards of the United States, broken corn and foreign material is all matter that will pass through a 12/64-inch (0.476 cm) diameter rounds hole sieve and all matter other than corn remaining in the sieved sample. The broken corn and foreign material limit for n° 2 corn is 3 p. 100. The average for all sample was only 0.6 p. 100 broken corn and foreign material. Damaged kernels (moldy, diseased, heat-damaged, etc.) were the determining factor in establishing the official grade for less than 1 p. 100 of the samples. For a few samples, low test weight was the determining grade factor. The test weight, immediately after harvest, ranged from 47.6 to 59.0 pounds per bushel.

To facilitate the examination for mechanical damage, a portion of each newly harvested sample was air-dried and treated with fast green dye. The mechanical damage, determined by visual examination and hand sorting, was classified in two categories, visible and hidden damage. Visible damage consisted of the broken

corn and foreign material that passed through a 12/64-inch (0.476 cm) sieve, broken kernels, crushed kernels and chipped kernels. In other words, visibly damaged kernels were less than whole kernels. Hidden damage consisted of whole kernels with a slightly damaged pericarp, portion of pericarp missing and hairline cracks; in other words, whole kernels with an indication of damage. Kernels with the tip cap missing, but with the underlying dark hilar layer intact, were not classified as damaged because the tip cap frequently separates from the kernel even in hand shelling. Also disregarded were kernels with small stains at the crown where the silk is attached.

For newly harvested samples, the examination for mechanical damage showed: visible damage, 5.5 p. 100 and hidden damage, 40.5 p. 100.

A portion of each sample was air dried and subjected to a breakage test to simulate severe handling of grain. The amount passing through the 12/64-inch (0.476 cm) sieve was the broken corn resulting from the breakage test. The broken corn after the breakage test ranged from 0.8 to 17.2 p. 100, with an average of 4.5 p. 100. Broken corn and foreign material present in the samples was removed by sieving before performing the breakage test.

Ten types of dryers were represented by the samples collected from corn dryers. The drying-air temperatures ranged from 120°F to 215°F (49 to 102°C), except for a concurrent-flow dryer in which plenum chamber temperatures of 270°F (132°C) and 305° F (152° C) were observed.

The sample analysis results were combined for all drying tests. Official grade results showed that the broken corn and foreign material increased from 0.7 p. 100 before drying to 1.0 p. 100 after drying.

For the samples taken after drying, the examination for mechanical damage showed only small increases in visible and hidden damage over that existing before drying.

The most pronounced effect of drying was an increase in broken corn from the breakage test. For the 1970 harvest, the breakage test showed 5.5 p. 100 broken corn for samples taken before drying and 12.7 p. 100 broken corn for sample taken after drying. Moisture content was standardized before the breakage test; thus, the increase was attributed to the drying treatment. Neither the official grade nor the fastgreen dye test was a reliable predictor of breakage test results after drying.

IV. — CONCLUSIONS

Corn harvested with combines was of good quality, based on grain grading standards. However, hand sorting for mechanical damage revealed more than 5 p. 100 visible mechanical damage (less than whole kernels).

Heated air drying increased the amount of broken corn revealed by the breakage test. Multiple handling of dried corn in the market channels may be expected to increase the amount of broken corn.

Improved methods of harvesting, drying and handling corn are needed to reduce mechanical damage, particularly for corn that is to be processed for domestic use or exported to other countries.

RÉSUMÉ

DOMMAGES PHYSIQUES SUBIS PAR LE MAÏS AU COURS DE LA RÉCOLTE MÉCANIQUE ET DU SÉCHAGE A L'AIR CHAUD

Des échantillons de maïs fraîchement récoltés ont été prélevés dans la trémie de moissonneuses-batteuses de fermes et sur les charrettes et les camions amenant le maïs des fermes aux silos des campagnes.

Plus de 500 échantillons ont ainsi été collectés dans la région productrice de maïs des États-Unis, au cours d'une période de trois ans.

Pour chaque échantillon, les paramètres concernant les opérations de battage, la variété de maïs et la teneur en eau des grains ont été relevés.

L'analyse de la qualité des échantillons a été effectuée, l'accent étant mis tout particulièrement sur les dommages physiques subis par les grains :

— détermination des grains cassés et des impuretés, selon la méthode officielle de classement ;
— estimation des dégâts par triage à la main et emploi du colorant « vert rapide » ;
— estimation des grains cassés après test de résistance ;
— estimation des grains germés.

Une étude similaire a été effectuée avec des échantillons de maïs prélevés avant et après séchage à l'air chaud.

ZUSAMMENFASSUNG

MAISBESCHÄDIGUNG BEIM MÄHDRESCHEN UND HEISSLUFTTROCKEN

Proben von frisch geernteten Maiskernen wurden aus Mähdreschern auf den Feldern und aus Bauernwagen und Fuhrwerken, die den Mais an die Getreidespeicher liefern, gesammelt. Mehr als 500 Proben wurden im Laufe von drei Jahren aus dem Getreidegürtel der Vereinigten Staaten gesammelt. Daten über den Mähdrescherbetrieb und die Art und den Feuchtigkeitsgehalt des Maises wurden für jede Probe niedergeschrieben. Mais proben wurden einer Qualitätsanalyse mit besonderer Betonung auf äusseren Schaden unterzogen. Die Analyse dieser Proben enthielt Qualitätsbewertung je nach beschädigtem Mais und Fremdstoff, Handlese für mechanischen Schaden mittels schneller « Fast green » Färbung, beschädigten Mais nach einer Bruchschadenprüfung und die Keimung. Einer ähnlichen Untersuchung wurden Maisproben unterzogen, die vor und nach einer Heisslufttrocknung gesammelt wurden.

REFERENCES

McGinty R. J., 1970. Development of a standard grain breakage. *Test. U. S. D. A., A. R. S.*, 51-34.

Official grain standards of the United States, 1970. U. S. Department of Agriculture. Consumer and marketing service, Washington D. C.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (3), 223-229.

WEATHER AND THE GRAIN HARVEST

C. V. SMITH

Meteorological Office, Cambridge (U. K.)

SUMMARY

The time available for field work is an essential element in determining harvesting strategies and the size of combine to be employed.

For cereals, in the U. K., a model is being developed which indicates, on a daily basis, the hours available for combining.

The approach has been to use daily weather observations to specify the extent of drying of the standing crop, the uptake of moisture due to rain and the period during which the surface of the crop remains wet after rain.

With such a model, simulation studies can be carried out ; in particular, past weather records can be reinterpreted as records of the time available for field work.

I. — INTRODUCTION

At a symposium concerned with the safe storage of grain, the points need scarcely be made that it is weather and climate that determine the physical state of the crop at harvest and the main types and level of biological contaminants carried into store ; that it is weather and climate that determine the physically and economically feasible systems for preconditioning and holding the stored bulks of grain.

There is no universal best storage system. There are only most appropriate storage systems in particular climate zones.

As a meteorologist, one is interested in the processes of weather. As an agricultural meteorologist, one is interested in the effects of weather on plants and animals, pests and diseases and on farming operations. As an agricultural meteorologist who works with an extension service, one is interested in economic decision making under the conditions of risk and uncertainty inevitably to be associated with a weather sensitive business such as farming ; one is interested in the role that weather and climate play in determining farming tactics and farming strategies.

The present contribution to the subject of grain storage concerns the effect of weather on the standing grain at harvest and the state of the grain leaving the field for storage. This particular problem arose as a natural concomitant to a wider issue — namely the optimum strategy to adopt for taking the cereal harvest in the U. K.

The wider issue concerns climate probabilities rather than the current day-to-day weather. It concerns capital investment decisions and as such, situations where the economic outcomes may be as dependent upon the extent of the weather risk covered in the investment programme, as the weather that actually occurs. In the present context, it concerns such matters as the size of combine to be bought and by inference the time available for field work at harvest.

In looking at the cereal harvest strategy in the U. K., there are two obvious options : 1° to proceed as at present, that is to let the standing grain dry in the field and to take a first cut at a moisture content of the order 20 p. 100 (wet weight) or less ; commonly, some additional drying for prolonged safe storage is required ; 2° to take an early harvest, soon after all the dry matter that is going to be synthesised and put into the grain is there. This means perhaps taking a harvest as soon as the combine can go and at somewhere between 25-35 p. 100 moisture content. Obviously there are increased drying costs in this second case. This increase in cost may be more than offset against an increase in harvested yield that has been shown to be possible with an early cut.

Having set down the alternative strategies available to our decision maker, the next step is to specify the outcome of each alternative, under each of the weather possibilities that we identify, i.e. in each of a sample of harvest seasons.

This is where our understanding of the physical and biological response of the crop to weather factors is brought in. To proceed to studies of the economic consequences of weather, we have to take this type of information as given. And in fact, the stumbling block to the investigation was the day-to-day response of the standing crop to weather, and the interpretation of day-to-day weather in terms of the time available for combining (and so, of grain moisture content). This note suggests that we now have a working solution to the problems involved.

Other work in the U. K. enables us to assess differences in combining costs, in drying costs and in harvested yields in the two cases. We can possibly also put a value or utility on the time that an early harvest buys, and which is available for field work in preparation for the subsequent crop, for drainage, for cultivations and field hygiene.

Having evaluated outcomes, we can now adopt a standard operational research technique to enquire which of our two alternative strategies gives the best return over a sensible period of time.

II. — THE PROBLEMS CONSIDERED

Having shown where my topic lies in relation to the wider economic issues I now restrict my detailed discussion to the purely physical level and to the question of the time available for combining. If we break this problem down we become concerned, firstly, with the duration of free surface moisture on the crop — which determines whether the combine can go, secondly, with the grain moisture content — which determines whether the farmer chooses to put the combine into the field. We wish to examine how these quantities vary on a daily basis through the harvest season.

The meteorological inputs to the model of the crop response to weather are daily

rainfall and some estimate of the drying power of the atmosphere. For validation of the model, we need to specify the timing and duration of rainfall. For a simulation study, daily rainfall amounts alone may well be sufficient.

Some earlier work on the field drying of cut grass (field wilting) suggested that the drying capacity of the environment might conveniently be represented by the daily total of potential transpiration. This is a quantity very familiar to those concerned with the water use of growing crops, and which, for our present purposes, can be regarded as the maximum rate at which the available solar energy and the saturation vapour deficit of the ambient air will evaporate water from a growing crop and carry it away.

The use of meteorological data on a daily basis represents a practical compromise between the use of detailed, continuously recorded weather data (whose complete utilisation may imply greater understanding than we have at the present time) and between weather data summarised over periods much longer than a day (whose utilisation in a regression type analysis may undervalue our concepts of the physics of the field situation).

III. — THE MODEL

We take up the study after that point in time when a standing barley crop has synthesised the maximum amount of dry matter in the grain that will be available for harvest. The moisture content of the grain may still be of the order 35-40 p. 100 wet weight basis (55-65 p. 100 dry weight). In the U. K., this will normally be around mid-July, i. e. 4-5 weeks after anthesis and some 2-3 weeks before conventional harvest dates.

The equilibrium moisture content curve of cereals such as barley, when plotted against ambient relative humidity, shows the typical sigmoid form. Extrapolating to an ambient relative humidity of around 100 p. 100, we place an arbitrary value and upper limit of 25 p. 100 wet weight basis (33 p. 100 dry weight) to the equilibrium moisture content of the grain.

3. 1. — *Moisture loss*

For grain of between 54 p. 100 and 33 p. 100 moisture content (dry weight basis), we envisage a model in which there is no further translocation of internal moisture and a situation in which a change in moisture content of the grain can occur in one sense only, namely downwards. The presence of free external surface moisture is taken, not to increase the moisture content of the grain, but requires that energy (measured in units of potential transpiration) should be applied preferentially to remove the external moisture before internal drying can proceed.

For grain with a moisture content of less than 33 p. 100 (dry weight basis), a change in moisture content may occur in either sense, with moisture being taken up during periods of prolonged surface wetness (to an upper limit of 33 p. 100 dry weight basis) and with moisture being removed during dry periods at a rate proportional to some function of the energy applied.

For drying during periods when there is no free surface moisture on the free standing grain, we assume an exponential rate of internal drying and an expression of the form

$$l_n (X_f) - l_n (X_0) = - l_n A \Sigma E_0$$

where X_f : final moisture content (dry weight basis) ;
X_0 : initial moisture content ;
A : constant of proportionality ;
ΣE_0 : accumulated potential transpiration over the period between X_0 and X_f are determined.

3. 2. — *Moisture uptake*

The model assumes that the effects of dew are minimal and can be neglected in termes of the energy (potential transpiration) needed to remove it. The model assumes :

— that rainfall amounts (p) up to and including 0.5 mm will be intercepted completely by the grain ;
— that the period of surface wetness due to such small rainfall amounts will be short and moisture uptake in this time will be zero ;
— that energy (potential transpiration) of $2(p)$ mm will be required to remove surface moisture of amount (p) mm.

For rainfall amounts greater than 0.5 mm, the model assumes :

— that 0.5 mm will be held by the grain and will require 1.0 mm of potential transpiration to remove it ;
— that prolonged wetting of the grain surface will occur and some uptake of internal moisture will follow ;
— that moisture uptake depends on the difference between actual and maximum moisture content and can be represented by an expression of the form

$$X_f = X_0 + B(33 - X_0)$$

where : X_0 and X_f are initial and final moisture contents (dry weight basis) ;
B : constant of proportionality.

3. 3. — *Duration of surface wetness*

We regard the daily solar radiation inputs and so the daily potential transpiration inputs to our model as a series of positive sinusoïdal pulses spaced at regular intervals.

The amplitude of the individual pulses will vary, as do daily potential transpiration values, but their form remains sinusoïdal and their duration extends always from sunrise to sunset.

We make the assumption that the total radiation received and the moisture loss during periods of rain are zero, that energy inputs and moisture loss only occur during the periods when rain is not falling.

Given the total of potential transpiration appropriate to a given day and the duration of any rain, we are now in a position to calculate :
— the amplitude of the potential transpiration curve ;

— the time required after the cessation of rain for sufficient energy (potential transpiration) input to remove the surface moisture.

3. 4. — *Time available for combining*

If we assume no work can go forward whilst rain is falling or whilst any surface moisture remains, the possible time available for combining is given by a simple difference from the number of daylight hours (or such part of the day as is nominated to be available for work).

At each stage, we also assess the internal moisture changes and ask whether the internal moisture content falls below the nominated level for combining (and for carrying of the crop from the field to store or drier). This condition qualifies the assessment of possible working time based on surface wetness.

IV. — RESULTS

The results below are for the 1971 harvest season in the U. K. The calculations involved were done by hand for the purposes of checking a computer programme now being written. The nominated grain moisture content was 22 p. 100 wet weight (28 p. 100 dry weight) or less for harvesting to proceed (tabl. 1 et 2).

TABLE 1

Hours available for combining

Site	Farm estimate of available working hours between first and last reported harvest work day	Computed hours over same harvest period	Farm estimate of available hours mid July-mid September	Computed hours, mid July-mid September
		Ministry farms		
Mepal	243	212	318	326
Boxworth	256	230	307	275
Gleadthorpe	216	220	353	364
Bridget's	147	150	355	383
Drayton	—	—	281	313
		Commercial farms		
	Reported working hours over harvest period	Computed working hours over same period		
Little Rissington	230	231	—	—
Whixley	120	106	—	—
Knaresborough	147	120	—	—

TABLE 2

Days available for combining

Site	Farm estimate of available days (when some combining was possible) between first and last reported harvest work day	Computed work days over same harvest period	Farm estimate of work days available mid July-mid September	Computed work days mid July-mid September
		Ministry farms		
Mepal	29	23	44	36
Boxworth	26	25	31	30
Gleadthorpe	27	26	43	42
Bridget's	18	18	43	45
Drayton	—	—	33	36
		Commercial farms		
	Reported work days over harvest period	Computed work days over same harvest period		
Little Rissington	23	24	—	—
Whixley	15	13	—	—
Knaresborough	15	16	—	—

V. — DISCUSSION

The primary object of the detailed study was the development of relationships between day-to-day weather and the possibility of putting a combine through a cereal crop in the U. K.

I suggest the model has sufficient sophistication to do this with an accuracy adequate for practical farm situations. The correlation, between computed working hours over the harvest period from a variety of farms throughout the U. K., with farm estimates or observations of the hours available for work is 0.96. The correlation between computed work days and the observed or estimated work days over the harvest period is of the order of 0.91.

The criteria for combine working involve crop surface wetness and grain moisture content. Results could equally well be stated in terms of these quantities for grain storage interests.

RÉSUMÉ

FACTEURS CLIMATIQUES ET PÉRIODE DE RÉCOLTE

En Grande-Bretagne, la détermination de la date de récolte amène à considérer les contraintes que le climat fait peser sur les travaux des champs.

Pour la récolte des céréales, les paramètres suivants sont pris en considération : humidité superficielle et teneur en eau des grains sur pied, en fonction de la période climatique.

Un modèle reliant la possibilité de récolte à la mesure, une fois par jour, de la hauteur de pluie et de la transpiration potentielle a été mis au point.

Une conséquence évidente de ceci est la connaissance de la teneur en eau des grains au moment où la récolte quitte le champ pour le lieu de stockage.

ZUSAMMENFASSUNG

KLIMATISCHE FAKTOREN UND KORNERNTE

In Grossbritanien sind wir bei der Ernteplannung gezwungen, die Einschränkungen der Klimaverhältnisse auf die Feldarbeit zu berücksichtigen. Für die Getreideernte sind folgende Faktoren entscheidend : Oberflächenfeuchtigkeit und Wassergehalt der Körner auf dem Feld in Abhängigkeit der Klimabedingungen.

Es wurde ein Model ausgearbeitet, das die Möglichkeit einer Kornernte mit der einmaligen täglichen Messung der Niederschlagsmenge und der « potentiellen Transpiration » in Verbindung bringt. Daraus ergibt sich, dass der Wassergehalt der Körner die das Feld zur Lagerung verlassen, bekannt ist.

SECTION II

- GÉNIE CHIMIQUE : SÉCHAGE DU GRAIN HUMIDE
- CHEMICAL ENGINEERING : WET GRAIN DRYING
- CHEMISCHE TECHNIK : TROCKNUNG DES FEUCHTEN KORNS

Sous la présidence

de

M. FOSTER (U. S. A.), M. KAUFMANN (U. S. A.),
M. CASAYS (France) et M. MAQUET (France)

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (3), 233-244.

DRYERATION : HEATED AIR DRYING AND CORN QUALITY

G. H. FOSTER [1]

Agricultural Research Service, U. S. Department of Agriculture,
Grain Marketing Research Center,
Manhattan, Kansas 66502 (U. S. A.)

SUMMARY

There are two principal types of grain damage resulting from heated air drying. Damage from overheating reduce the value of grain for some uses and hinders milling processes. Also, rapid drying makes grain more brittle. Brittleness is a major problem in drying corn (maize) and leads to breakage when corn is handled through marketing channels. This paper reports on research to develop methods of heated air drying that will cause less brittleness in dried corn.

Dryeration was the first modification of high temperature, high speed drying designed to reduce brittleness. Dryeration is a combination of heated air drying and aeration cooling. Heated air drying is stopped when the corn moisture is about two percentage points higher than the desired final moisture content. Hot corn is moved from the dryer into a storage bin where it tempers from 4 to 8 hours before it is cooled slowly by ventilation with natural air. The moisture content is lowered to the final level during aeration cooling.

Two-stage heated air drying procedures were tested in an effort to reduce further the brittleness of the dried corn but the reduction was not substantially greater than with dryeration. A system of partial heat drying using dryeration but removing hot corn from the dryer at 20 percent moisture produced corn that approached the quality of that dried without heat. In partial heat drying, the final four to five percentage points of moisture were removed by aeration over a period of several months while the corn was in storage.

The principal constraints on the method used to dry grain artificially are related to grain quality. Damage to grain may be caused from either drying it too slowly or too rapidly. If grain is dried too slowly and for too long a period, undesirable deterioration occurs. The time period that may be taken to complete drying is limited largely by the rate of mold or fungi development, which in turn depends on the grain

[1] The contribution of R. A. Thompson, L. E. Stephens, Agricultural Engineers, and M. H. Klinker, Engineering Technician, to the research reported in this paper is gratefully acknowledged.

moisture content (m. c.) and temperature. In general, microflora development is slowed at lower grain temperature and at lower moisture contents.

When grain is dried too rapidly, a different type of damage results than when grain is dried too slowly. Rapid drying makes grain more brittle and more subject to damage when handled. Extremely rapid drying results in grain of reduced bulk density with kernels that are enlarged or puffed. If grain is dried at high temperatures, discoloration and other kinds of heat damage may occur. In the research reported herein, reduction of damage caused by rapid drying of corn (maize) was the principal objective.

GRAIN DAMAGE RESEARCH

Brittleness of grain and its tendency to break when handled is often related to checks or stress cracks in grain kernels. Rice checking has long been recognized as a cause of reduced yield of whole kernels in milled rice. HENDERSON (1954) used radiographic methods to study causes and characteristics of rice checking. Checking was described as internal fractures which originated at the center of the kernel and developed along the minor axis toward the outside surface. Checks were found in freshly harvested rice that had been subjected to cyclic changes in temperature or moisture content while in the field. In artificially dried rice, the amount of checking increased as drying air temperature and drying speed increased. HENDERSON reported that his conclusions were in accord with and confirmed recognized processing procedures that have been developed through operator experience. These procedures include drying rice at as low a temperature as possible and using a multistage drying process.

MILNER and SHELLENBERGER (1953) reported internal fissuring in wheathered wheat. Internal cracks in wheat were related to combine harvesting by CHUNG and CONVERSE (1970). Wheat in the United States is seldom harvested when containing more than a few percentage points of excess moisture and little work has been reported on the effect of drying on internal fissuring.

Fractures or internal fissures were found in the endosperm of artificially dried corn and termed « stress cracks » by FOSTER and THOMPSON (1961). They reported that stress cracks were confined to the endosperm and that the pericarp or seed coat was not ruptured. When the seed coat was removed by soaking or scraping, the endosperm was easily broken at the stress cracks. Thus, it appears that stress cracks in corn and checking in rice are similar but the corn pericarp is thougher and tends to hold the fissured endosperm intact.

THOMPSON and FOSTER (1963) reported in detail on stress cracks and breakage in artificially dried corn. Stress cracks, while practically nonexistent in crib-dried ear corn, were found in all samples of shelled corn dried artificially and were responsible for much of the increased susceptibility of corn to breakage. Other factors were found which contributed to breakage ; they were the moisture content at which corn was harvested, the drying speed, and the amount of drying ; the number of percentage points moisture content was reduced in one drying stage. Most stress cracks

formed in corn while it was drying from 19 to 14 p. 100 m. c. (1) .Rapid cooling of the dried corn added to the drying stress already present and increased the number of stress cracks.

THOMPSON and FOSTER classified stress cracks in dried corn in order of severity of drying treatment. The first indication of excessive drying stress was a single crack which usually extended from the kernel tip toward the crown and was visible on the side opposite the germ. As stress increased, multiple cracks appeared with some kernels taking on a checked or crazed appearance. Stress cracks are readily visible under bright light and were evaluated by a simple candling process.

Not all breakage in artificially dried corn is associated with drying. When corn was field-shelled at 30 p. 100 m. c., machine harvesting contributed as much to breakage as did artificial drying. In more recent tests by the author, the percentage of kernels mechanically damaged ranged from 7.4 p. 100 in 19.6 p. 100 m. c. corn harvested in 1968 to 46.4 p. 100 in 32 p. 100 m. c. corn harvested in 1967. Although factors other than moisture content affected the amount of damage, harvest moisture content was an important factor in the overall quality of the corn that was field-shelled and artificially dried. Over two and a half times more kernels were abraded in corn harvested at 30 p. 100 m. c. than in corn harvested at 20 p. 100 m. c.

WHITE and ROSS (1972 *a* and *b*) discussed stress cracking in white corn as affected by drying temperature, cooling rate and overdrying. They reported their results in terms of percentage of checked kernels, the most severe stress category described by THOMPSON and FOSTER. Stress cracking increased as drying air temperature increased and was most severe (70 to 90 p. 100 checked kernels) in corn dried to 10 to 14 p. 100 m. c., with drying air temperatures in the range of 130° to 220°F. In both white and yellow corn, there were fewer checked kernels when the corns was cooled slowly after drying. They found that the number of checked kernels tended to be higher for yellow corn than for white corn, otherwise their results generally paralleled those reported by THOMPSON and FOSTER.

When corn at high moisture content levels is dried faster than about 8 to 10 percentage points per hour, the kernels puff or expand, a cavity forms in many of them and bulk density of the corn is reduced. This often masks the presence of stress cracks. Both THOMPSON and FOSTER, and WHITE and ROSS, reported fewer stress cracks in grain dried rapidly enough to cause puffing.

HALL (1972) reported on test weight (bulk density or weight per bushel) changes during drying of shelled corn harvested in Illinois in 1969 and 1970. He reported test weight increases of 8 lb/bu (pounds per bushel) in corn harvested without damage and dried at 70°F. The maximum test weight increase in corn mechanically shelled was about 6 lb/bu. As the temperature at which corn was dried was increased, the normal test weight increase associated with drying was reduced. The highest drying temperature used (200°F) caused the final test weight to be about 2 lb/bu below the maximum attained with the lowest drying temperature (70°F). Maximum test weight when drying at 200°F occurred when the corn reached a moisture level of 17 to 18 p. 100.

HALL'S data are in agreement with results obtained by the author with three hybrids from the 1969 crop in Indiana. Corn dried from 25 to about 10 p. 100 m. c. by

(1) Moisture contents in this paper are expressed in p. 100, wet basis, i. e. 100 (weight of water/weight of grain and water).

forced air in an unheated room increased in test weight from 53 to 58.2 lb/bu. When dried at 200°F, the corn had the same trend in test weight increase while drying from 25 to 20 p. 100 m. c., but there was little further increase as drying proceeded to 12.5 p. 100 m. c. Further laboratory and field tests showed that when high temperature drying was stopped within the 17 to 20 p. 100 m. c. range and further drying was at low temperatures, test weight changes were normal and not affected much by drying.

The effect of corn brittleness was demonstrated in a study of the breakage caused by commercial handling methods (FISCUS, FOSTER and KAUFMAN, 1971). Corn used in this study was grown in 1966 and 1967. Physical properties of the corn were similar to those of corn that had been mechanically harvested and artificially dried with heated air. Handling tests, conducted with full scale equipment, included dropping grain in free fall and through spouting, elevating it with a bucket elevator, and handling it with a grain thrower. Results were measured in terms of amount of breakage caused by each handling method. Breakage was removed by screening. The breakage removed was approximately the same as the fine and broken material that would be removed from a sample of grain when determining its grade under the U. S. Grain Standards.

The impact from dropping grain in free fall, as in filling a bin, caused more breakage than any of the other handling methods tested. Drop height was the most significant test variable in drop tests and average breakage in corn ranged from 2.5 p. 100 at a drop height of 40 ft. up to 10.2 p. 100 at 100 ft. In repeated handling tests, breakage was cumulative and the amount remained about constant each time the same lot of grain was handled or dropped up to four times. This was true regardless of whether or not the broken material was removed from the test lot after each handling.

METHODS OF REDUCING DAMAGE FROM DRYING

Much of my research effort during the past 12 years has been directed toward modifying high speed, high temperature, drying methods in order to reduce or limit grain damage. Most of this work was conducted in cooperation with Purdue University, Lafayette, Indiana, utilizing a pilot drying facility located at the Purdue Agronomy Farm (fig. 1).

Dryeration

The dryeration process was the result of our first effort to reduce brittleness of dried corn by modifying heated air drying procedures. Dryeration is a combination of heated air drying and delayed aeration cooling and consists of three essential steps (fig. 2). First, corn is dried rapidly with heated air from 20 to 30 p. 100 m. c. to about 16 p. 100 m. c. Then, the corn is removed from the dryer while it is still hot and allowed to temper a few hours before cooling is started. The third and final step in the process is to cool the corn slowly in order to use residual heat in the corn to effect maximum moisture removal during cooling. Slow cooling also minimizes added stresses associated with change in kernel temperature.

The rationale for the dryeration process came from observations made during laboratory tests in which small samples of corn were placed in a vacuum insulated flask after heated-air drying and before ambient air cooling. The corn, slowly cooled, had substantially fewer stress cracks than corn cooled rapidly. Also, more moisture was lost while the corn was being held at high temperatures in a semi-sealed container

FIG. 1. — *The drying research facility at the Purdue University Agronomy Farm*

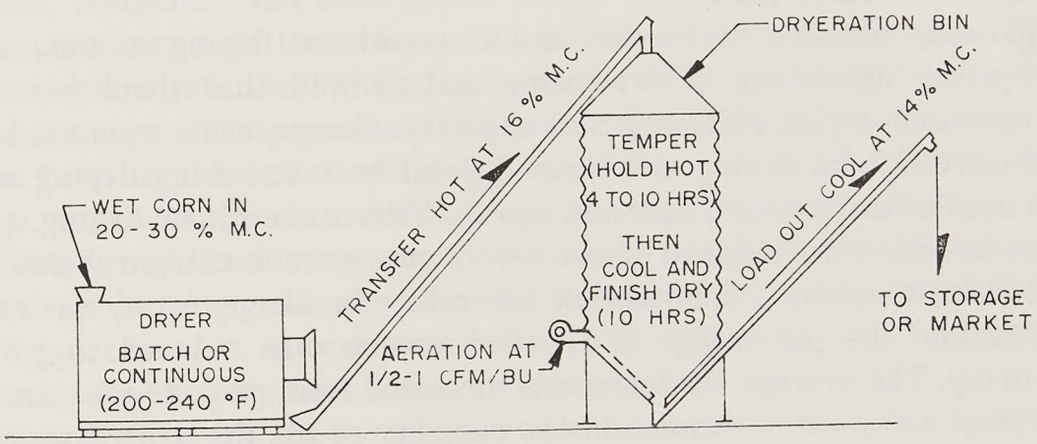


FIG. 2. — *Schematic of the dryeration process*

than when it was cooled rapidly with forced air. From these observations, it was hypothesized that a tempering period interposed between heated-air drying and ambient-air cooling would result in a reduction in stress cracks in the dried corn and a more efficient moisture removal during the cooling phase of the drying process.

Development and testing of the dryeration process extended over a 5-years period. In 1962, 3 full scale tests were conducted to explore the feasibility of the dryeration procedure. Nine tests were conducted in 1963 to evaluate various combinations of drying temperature and final moisture content that would produce

corn of acceptable quality. In 1964, direct comparisons were made between the dryeration process and the conventional continuous flow drying. Also included were two-stage drying tests in which heated air drying was interrupted by an additional tempering period between stages. In 1965, the research was directed toward the cooling phase of the dryeration process to determine optimum tempering time and cooling airflow rate. In 1966, further refinements in the cooling phase were studied.

The corn used in the dryeration tests was a commercial yellow dent hybrid, field-shelled with a corn combine at 24 to 26 p. 100 m. c. A continuous flow, tower-type dryer of the baffle or rack design was used. The dryer held a total of about 360 bu of corn with approximately 60 p. 100 in the heating section and 40 p. 100 in the cooling section. When the dryer was adapted for dryeration, heated air was diverted into the cooling section and no cooling was done in the dryer.

Hot corn from the dryer was accumulated in batches of from 300 to 700 bu in bins (either 7 ft. sq. or 9 ft. in diameter) in which tempering and cooling took place.

The three exploratory tests in 1962 confirmed previous laboratory observations and demonstrated the feasibility of dryeration. The tests conducted in 1963 showed that the kernel temperature of the corn leaving the dryer was substantially lower than that of the drying air, but the difference between the two temperatures diminished as the corn was dried to lower moisture contents. In these tests, the amount of moisture removed during cooling was equal in corn heat dried to moistures of 18 and 16 p. 100, but was less in corn dried to 14 p. 100 m. c. Also, the moisture removed during aeration cooling increased as the air temperature at which the corn was dried was increased. At drying temperatures of 187°, 232° and 277°F, the moisture removed during cooling average 1.7-2.1 and 2.5 percentage points, respectively. In the same order, the temperature of the corn leaving the dryer averaged 131°, 149° and 154°F, in these tests.

Comparisons between dryeration and conventional drying in 1964 quantified the corn quality advantage of dryeration and showed that there were also two bonuses, increased drying efficiency and capacity. Comparisons were made in three tests with conventional drying and three dryeration tests, using drying air temperatures of approximately 190°, 240° and 290°F. With conventional drying, 43.6 p. 100 of the corn kernels were checked (most severe stress crack category) and the breakage level (determined by a small sample laboratory breakage tester) was 11.3 p. 100. With dryeration, the percentage of checked kernels was reduced to 7.6 and the breakage to 6.7. The average efficiency was increased from 58 p. 100 for conventional drying to 76 p. 100 for dryeration and the capacity of the dryer used was increased from 108 bu/hr to 192 bu/hr.

The two-stage drying procedure tested resulted in a further small decrease in percentage of corn kernels with stress cracks, but breakage characteristic of the corn was not improved. Dryer capacity was not changed appreciably and drying efficiency increased slightly to 80 p. 100. It was concluded that the two-stage drying procedure did not offer enough advantage over regular dryeration to warrant the required extra handling of corn.

In 1965 and 1966, four airflow rates ranging from 0.2 to 1.0 cfm/bu (cubic feet per minute per bushel) were used to cool corn after tempering periods of 2-4-8 and 12 hours. The number of checked kernels decreased with increasing tempering time up to 8 hours. Moisture removal during aeration cooling was greatest after 8 hours

tempering. Thus, 8 hours tempering appeared to be optimum. Cooling airflow rates ranging from 0.2 to 1.0 cfm/bu resulted in cooling times ranging from 30 to 6 hours. As airflow rate increased and cooling time decreased, the number of checked kernels tended to increase, but 1966 tests confirmed that airflow rates lower than about 0.3 cfm/bu were inadequate. The amount of moisture removed was less at the lower airflow rates and the final moisture distribution was less uniform. Cooling air pushed upward through the corn was compared with air pulled downward, and the results were equal except for the final moisture distribution in the bin. A drying air temperature of 240°F was used in the 1965 and 1966 tests.

The following are currently recommanded dryeration practices.

1. Use heated air drying temperatures that will give corn temperatures of 140° to 150°F leaving the dryer.

2. Temper the hot corn from 4 to 10 hours before cooling.

3. Use an airflow rate between 0.5 and 1.0 cfm/bu for cooling.

4. Use upward airflow if the grain is to be moved from the bin in which it was cooled ; otherwise, use downward airflow.

Further details of test results and recommended dryeration practices are in publications by McKenzie *et al.* (1967) and Thompson and Foster (1967).

Partial heat drying

A modification in the dryeration procedure was studied from 1968 to 1970. Instead of drying corn to 16 p. 100 m. c., heated air drying was stopped at about 20 p. 100 m. c. The partially dried corn was moved from the dryer and placed in a separate bin, tempered, and then cooled slowly according to the dryeration procedure. After cooling, aeration was continued (usually until the following spring) at the same airflow rate until the corn reached a moisture content level that would be safe for storage. This procedure has been referred to as partial heat drying.

It has been established that freshly harvested corn can be stored successfully in Indiana under continuous aeration at moisture levels up to about 21 p. 100 (Tuite, Foster and Thompson, 1970). Corn that was harvested and stored in the fall reached about 16 p. 100 m. c. by the following april and then dried quickly to below 15 p. 100 m. c. in warmer weather. The hazard to corn in aerated storage was no greater for the corn that had been partially heat dried to 18 to 19 p. 100 m. c. prior to storage than for the freshly harvested corn that was placed in storage at 20 to 21 p. 100 m. c. without partial predrying.

The partial heat drying procedure further reduced the number of checked kernels and the amount of breakage, compared to corn dried with the regular dryeration procedure. The checked kernels in eight tests conducted in 1968 and 1969 averaged only 4 p. 100 and the average breakage level was 3.9 p. 100.

When heated air drying was stopped at 20 p. 100 m. c., higher drying air temperatures could be used without excessive kernel temperatures. In six tests conducted in 1969, using drying air temperatures ranging from 278° to 292°F, the average temperature of corn coming out of the dryer was from 128° to 140°F. Moisture reduction during aeration cooling averaged 2.1 percentage points. Thus, drying by aeration started at a moisture level of 18 p. 100. The efficiency was not

increased much by stopping heat drying at 20 p. 100 m. c., but the capacity of the costly heated-air drying equipment was increased substantially.

While the partial heat drying procedure has some advantages in both improved corn quality and more efficient dryer operation, it also has some disadvantages. The corn is not reduced to a moisture level at which it can be marketed without price discount until aeration drying is completed after several weeks or months. Also, damage from mold growth may occur if aeration drying does not proceed fast enough or if ambient temperatures are too high.

The progress in brittleness reduction in terms of elimination of the stress cracks and reducing the breakage through modification of heated air drying procedures was reported by FOSTER (1972) and is reproduced, with only minor revisions, in table 1.

TABLE 1

Effect of drying method on brittleness of dried corn (1)

Drying method	Sound kernels without stress cracks (%)	Breakage (2) (%)
Conventional continuous-flow ...	8.8	11.3
Dryeration	60.6	6.7
Two-stage dryeration	72.0	7.0
Partial heat drying.....	82.2	3.9
Unheated air	93.3	1.6

(1) Tests of the first three drying methods were conducted in 1964 with corn at 25 p. 100 initial m. c. The other two methods were tested in 1968 using 23 p. 100 m. c. corn and in 1969 using 26 p. 100 m. c. corn for the partial heat drying and 20 p. 100 m. c. corn in the unheated air drying. Drying air temperatures used in the partial drying tests were 50°F higher than the average in the other heated air drying tests. Data are averages of three tests for each of the first three drying methods and of eight tests of the last two methods listed.

(2) Breakage as determined in a sample breakage tester and defined as broken parts of kernels that will pass through a 12/64-inch round-hole screen.

Tempering in the dryer

Tempering hot corn, before cooling, appeared to be the key to reduced brittleness with dryeration. While tests indicated that optimum tempering time was near eight hours, there was evidence of some benefit from tempering for less time. Tests were started in 1970 and continued in 1971 to determine the value of brief periods of tempering between heated air drying and ambient air cooling within the conventional tower-type, heated-air dryer (fig. 1). The dryer is constructed of a series of racks with six racks forming a 1 ft deep horizontal module. There were

21 such modules ; thus, the grain traveled 21 ft through the dryer. Eleven of the 1-foot modules were in the dryer heating section and nine were in the cooling section with a 1-foot gate module separating the two sections. In these tests, the grain flow rate through the dryer was such that the corn remained in each 1-foot module for approximately 10 minutes.

In-dryer tempering times tested were approximately 10-30 and 70 minutes. The 10 minute tempering occurred while the corn was passing through the 1-foot gate module between the heating and cooling sections of the dryer. To accomplish 30 minutes tempering, two additional 1-foot modules in the cooling section immediately below the gate were blocked off so that no airflow passed through the grain while it was traveling a distance of three feet. For 70 minutes tempering, two additional 1-foot modules in the cooler and two 1-foot modules in the heater section just above the gate were blocked. Thus, tempering took place while the grain traveled through 7 feet or one-third of the dryer.

No adjustments were made in air delivery to compensate for blocking off part of the dryer. Total air path through the grain was reduced caused the resistance pressure to increase and the total air delivered by the fans to decrease. However, the rate of airflow through the remaining free areas was increased due to the increased pressure.

A regular dryeration test in which the corn was tempered in a separate bin for a minimum of four hours was included in each test series for comparison with the in-dryer tempering.

Moderate reductions in the number of stress cracks and in the amount of breakage resulted from in-dryer tempering (tabl. 2). Increasing tempering time from

TABLE 2

Effect of in-dryer tempering on stress cracks and breakage in corn (1)

Tempering time (minutes)	Number tests conducted	Checked (2) kernels (%)	Breakage (%)
10	4	70.5	5.5
30	4	61.8	4.9
70	4	38.0	4.0
240 (4)	3	10.7	3.2

(1) Drying from 21 to 24 p. 100 initial m. c. to 13 to 14 percent final m. c.
(2) Most severe stress crack category.
(3) Determined on small samples in a laboratory breakage tester.
(4) Tempered in separate bin-dryeration.

10 minutes to 70 minutes reduced by about 50 p. 100 the average number of checked kernels in four tests, two conducted in 1970 and two in 1971. The differences in number of checked kernels were significant at the 0.05 level except for that between

10 and 30 minutes of tempering. Average breakage was reduced from 5.5 to 4.0 p. 100 (not significant at 0.05 level). While it appears that tempering incorporated in a drying regime was beneficial, in-dryer tempering was not as effective in limiting damage as the four hours of tempering recommended in the dryeration process.

Data were obtained to determine the cost of in-dryer tempering in terms of reduced dryer capacity and efficiency (tabl. 3). Efficiency of the drying operation was not affected and the moderate reduction in drying capacity apparently reflects only the reduced airflow caused by blocking off part of the dryer. With airflow blocked off from one-third of the dryer (70 minutes tempering), the drying capacity was reduced about 5 p. 100. For the small and non-significant reduction in drying capacity, apparent brittleness was reduced about 40 p. 100. As expected, neither the efficiency nor the capacity with in-dryer tempering approached that with dryeration where the entire dryer was used as a heating section and cooling was done in a separate container.

TABLE 3

Effect of in-dryer tempering on drying capacity and efficiency (1)

Tempering time (minutes)	Number test conducted	Fuel (2) efficiency	Drying capacity (bu/hr)
10	4	43.2	122
30	4	43.3	120
70	4	45.0	115
240 (3)	3	54.8	209

(1) Drying corn from between 21 and 24 percent initial m. c. to 13 to 14 percent final m. c.

(2) Fuel efficiency $= \frac{\text{pounds water removed} \times 1100 \text{ B. T. U.}}{\text{heat equivalent of fuel used, B. T. U.}} \times 100.$

(3) Tempered in separate bin-dryeration.

Temperature of the air going into and coming out of the dryer was measured at several points and grain temperature was measured in the gate area between the heating and cooling sections and again before the grain was discharged from the dryer. While temperature data were insufficient to appraise the situation completely, there was no evidence that tempering was beneficial in terms of increased cooling rate. In the 1971 tests, the projected cooling time was about 50 minutes after both the 10 minutes and the 70 minutes of tempering. To the extent excess cooling capacity is available (as when drying high moisture corn at low-flow rates), in-dryer temperature is free of additional equipment cost.

A laboratory study and accompanying analysis (SABBAH *et al.*, 1971) showed that tempering after heat-drying reduced cooling time only when the cooling was done slowly at low airflow rates. Tempering affected only the amount of cooling attri-

buted to moisture removal. As airflow rate increased, the total amount of cooling attributed to latent heat transfer decreased. At an airflow rate of 75 cfm/bu, they found that the amount of moisture removed during cooling became insignificant and nearly all cooling was a result of sensible heat transfer. For the same reason, tempering had little effect on the rate of cooling in the in-dryer tempering tests.

The dryer used in these tests mixes the grain as it flows past successive baffles or racks. The effectiveness of in-dryer tempering may be greater in a column dryer or in other types of dryers in which little mixing of the grain occurs.

RÉSUMÉ

DRYERATION : SÉCHAGE PAR AIR CHAUD ET QUALITÉ DU MAÏS

Il y a deux types principaux de dégâts causés au grain par le séchage à air chaud. Une surchauffe diminue la valeur du grain pour certains usages et gêne les processus de mouture. Un séchage rapide rend également le grain plus cassant. La fragilité du grain est un problème majeur dans le séchage du maïs et on obtient des grains cassés lorsque le maïs est manipulé au cours de la commercialisation. Cet exposé recherche les méthodes visant à développer un séchage par air chaud qui diminuerait la fragilité du grain séché.

La « dryeration » (séchage par aération) fut la première modification apportée au séchage rapide à température élevée, pour réduire la fragilité des grains. La « dryeration » est un système de séchage par air chaud et de refroidissement par aération. Le séchage par air chaud est arrêté lorsque l'humidité du grain est de 2 p. 100 au-dessus de ce que l'on veut obtenir comme humidité finale. Le grain chaud est sorti du séchoir et mis dans une cellule de stockage où il demeure 4 à 8 heures avant d'être lentement refroidi par ventilation d'air. L'humidité du grain s'abaisse jusqu'au pourcentage désiré au cours de ce refroidissement par air.

Des procédés de séchage par air chaud en deux étapes ont été testés en vue de réduire encore la fragilité du grain séché, mais cette diminution n'a pas été plus forte qu'avec la « dryeration ». Un système de séchage partiel par la chaleur, utilisant la « dryeration », mais dans lequel le grain chaud est retiré du séchoir à 20 p. 100 d'humidité, a donné un grain de qualité assez semblable à celui qui était séché sans être chauffé. Dans le séchage partiel par la chaleur, les derniers 4 ou 5 p. 100 d'humidité furent éliminés au cours du stockage par une aération de plusieurs mois.

ZUSAMMENFASSUNG

DRYERATION : HEISSLUFTTROCKNUNG UND MAISQUALITÄT

Es gibt zwei hauptsächliche Arten der Kornbeschädigung durch Heisslufttrocknung. Beschädigung durch Uberhitzen vermindert den Wert des Korns für einige Zwecke und erschwert den Vermahlungsprozess. Darüber hinaus wird Korn durch schnelles Trocknen brüchig. Brüchigkeit ist eines der Hauptprobleme beim Maistrocknen und führt bei den Vermarktungvorgängen zum Bruch von Maiskörnern. In der vorliegenden Arbeit wird von Untersuchungen berichtet, die sich damit befassten Heisslufttrocknungsmethoden zu entwickeln die eine geringere Brüchigkeit des getrockneten Maiskorns hervorrufen.

Dryeration war die erste Abwandlung der Schnelltrocknung durch heisse Luft, die die Brüchigkeit herabsetzen sollte. Dryeration ist eine Kombination aus Heisslufttrocknung und Luftkühlung. Die Heisslufttrocknung wird angehalten, wenn der Wassergehalt des Korns ungefähr zwei Prozent höher ist als der erwünschte endgültige Feuchtigkeitsgehalt. Das heisse Korn wird vom Trockner in einen Lagerbehalter gebracht und bleibt dort 4 bis 8 Stunden, bevor es langsam durch Luftventilation abgekühlt wird. Der Wassergehalt wird so durch Kühlbelüftung auf den endgültigen Wert gebracht.

Zweistufige Heisslufttrocknung wurde geprüft, um die Brüchigkeit des getrockneten Korns

noch weiter zu reduzieren, aber das Resultat war nicht wesentlich besser als bei normaler Dryeration. Ein System der Teiltrocknung indem zwar die Dryeration angewandt, das Getreide aber mit 20 p. 100 Wasser von Trockner entnommen wird, ergab Mais der der Qualität von ohne Hitze getrocknetem gleichkam. Bei der Teiltrocknung werden die letzten 4 bis 5 p. 100 wasser durch Belüftung über mehrere Monate während der Lagerund entfernt.

REFERENCES

CHUNG D. S., CONVERSE H. H., 1970. Internal damage to wheat analyzed by radiographical examination. *Trans. ASAE*, **13**, 295-297, 302.

FISCUS D. E., FOSTER G. H., KAUFMANN H. H., 1971. Physical damage of grain caused by various handling techniques. *Trans. ASAE* **14**, 480-485, 491.

FOSTER G. H., THOMPSON R. A., 1961. « Stress cracks » in artificially dried corn. *AMS*-434. *Agr. Marketing Ser.*, U. S. Dept of Agriculture.

FOSTER G. H., 1972. *Heated-air grain drying in grain storage. Part of a system.* SINHA R. N. and MUIR W. E., Editors. AVI Publ. Co., Westport, Conn. (in press).

HALL G. E., 1972. Test weight changes of shelled corn during drying. *Trans. ASAE* **15**, 320-323.

HENDERSON S. M., 1954. The causes and characteristics of rice checking. *Rice J.*, **57**, 16-18.

MCKENZIE B. A., FOSTER G. H., NOYES R. T., THOMPSON R. A., 1967. Dryeration. Better corn quality with high speed drying. *Ext. Ser. Bul. AE 72*, Purdue University, Lafayette, Ind.

MILNER M., SHELLENBERGER J. A., 1953. Physical properties of weathered wheat in relation to internal fissuring detected radiographically. *Cereal Chem.*, **30**, 202-212.

SABBAH M. A., FOSTER G. H., HAUGH C. G., PEART R. M., 1972. Effect of tempering after drying on cooling of shelled corn. *Trans. A. S. A. E.*, **15**, 763-765.

THOMPSON R. A., FOSTER G. H., 1963. Stress cracks and breakage in artificially dried corn. *Marketing Res. Rept. No. 631*, U. S. Dept. of Agriculture.

THOMPSON R. A., FOSTER G. H., 1967. Dryeration. High speed drying with delayed aeration colling. Paper 67-843, *Amer. Soc. Agr. Eng.*, St. Joseph, Michigan.

TUITE J.,FOSTER G. H., THOMPSON R. A., 1970. Moisture limits for storage of corn aerated with natural and refrigerated air. Paper 70-306. *Amer. Soc. Agr. Eng.*, St. Joseph, Michigan

WHITE G. M., ROSS I. J., 1972 *a*. Discoloration and stress cracking of white corn as affected by overdrying. *Trans. A. S. A. E.*, **15**, 327-329.

WHITE G. M., ROSS I. J., 1972 *b*. Discoloration and stress cracking of white corn as affected by drying temperature and cooling rate. *Trans. A. S. A. E.*, **15**, 504-507.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (3), 245-256.

HANDLING AND RESULTING GRAIN BREAKAGE

H. H. KAUFMANN

Grain Research Laboratory Cargill, Incorporated
Minneapolis, Minnesota (U. S. A.)

SUMMARY

Spring and hard red winter wheat, corn, soybeans and pea beans were investigated for physical damage caused by commercial handling practices.

This paper will discuss the influence of moisture content, temperature, impact surface, velocity, drop height and physical configuration of handling equipment on the amount of physical damage.

Small pieces of grain that are broken off the kernel during post-harvest handling operations and pass through certain specified sieve-openings are of commercial and economic significance. They form part of dockage or foreign material, as defined in the U. S. Grain Standards and, when the amount exceeds certain percentages, leads to a lowering of grade and therefore a lower price per bushel. Many opinions were formed over the years about the factors leading to this breakage or physical damage and the amounts caused by various handling methods.

In 1965, the United States Department of Agriculture and Cargill Incorporated entered into a four year contract to investigate the physical damage (breakage) to various grains caused by certain commercial handling methods. Spring and hard red winter wheat, corn, soybeans and pea beans at two moisture contents and two temperatures were handled over a grain thrower and bucket elevator, dropped in free fall and through a spout, at different flow rates, heights and against different targets.

Test lots were precleaned over sieves and screens until they were free of breakage. After each test, involving from one to seven tons, the breakage from the entire test lot was removed by sieving and screening and weighed. Therefore no sampling or sampling error was involved. 450 individual tests, most replicated three times and some four times, using over 9 000 tons of grain, were made.

Even the summary Government report will be over 100 pages long. Time

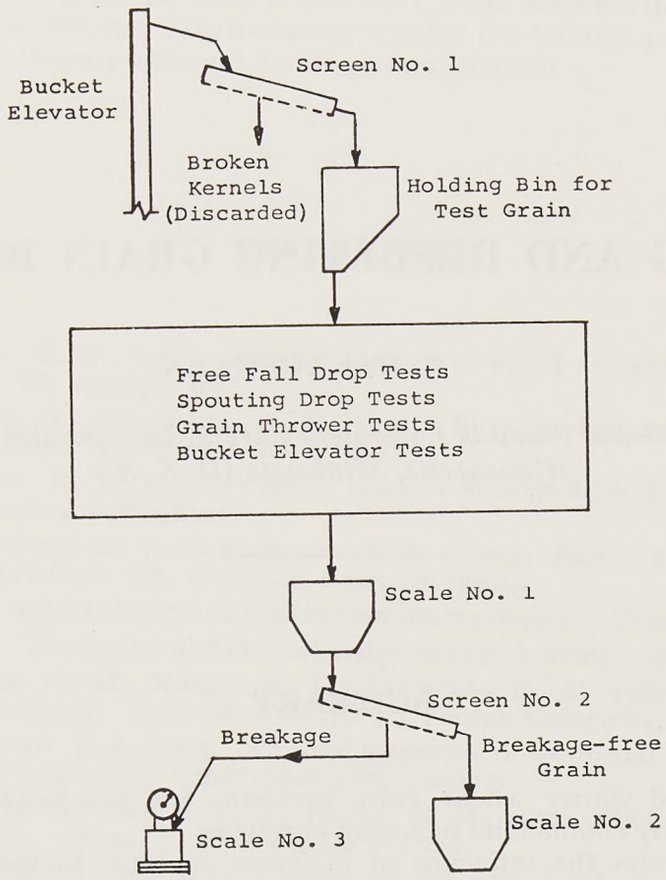


FIG. 1. — *Grain flow diagram for handling tests*

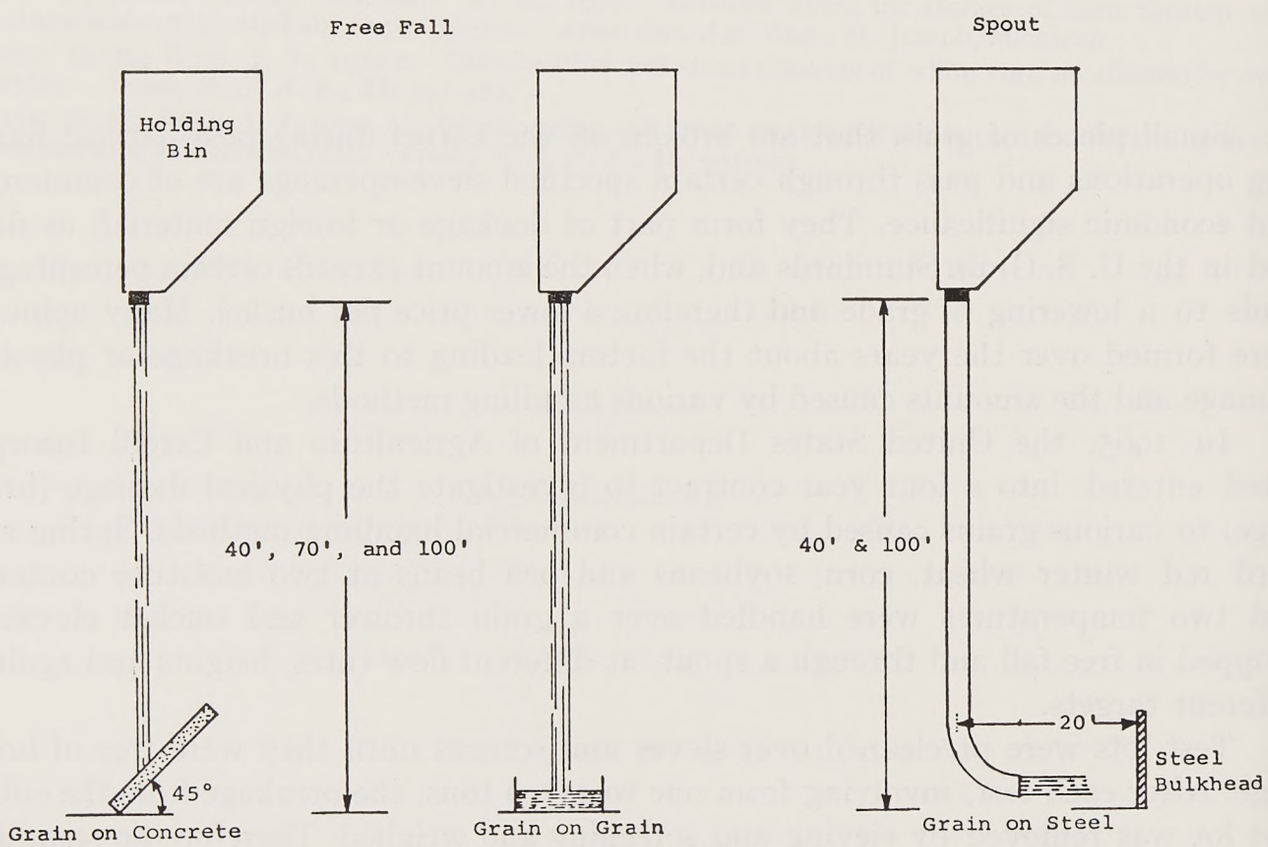


FIG. 2. — *Grain flow diagram for drop tests, free fall and spouting*

therefore will permit me to-day to relate to you only the significant variables that were found and to show you the flow diagrams, test equipment and certain selected test results.

The grain was obtained from commercial channels and, in the case of corn, at harvest moistures and then dried by good commercial practice to the moisture contents desired. All test grains were judged to have physical characteristics typical of grain in commercial trade.

The test lot grain was elevated, cleaned over screen n° 1, which had slightly larger openings than screen n° 2, held in the holding bin for the appropriate test, tested, weighed, screened over screen n° 2 (fig. 1), then the breakage and breakage-free grain were weighed and the data recorded.

Figure 2 shows the free-fall and spouting lay-outs (as for boxcar loadings), figure 3 the grain thrower arrangement. The bucket elevator test determined breakage in the boot only. The head cover had been removed and the tossed-out grain was stopped gently by a canvas curtain. Some interesting photographs resulted (fig. 4).

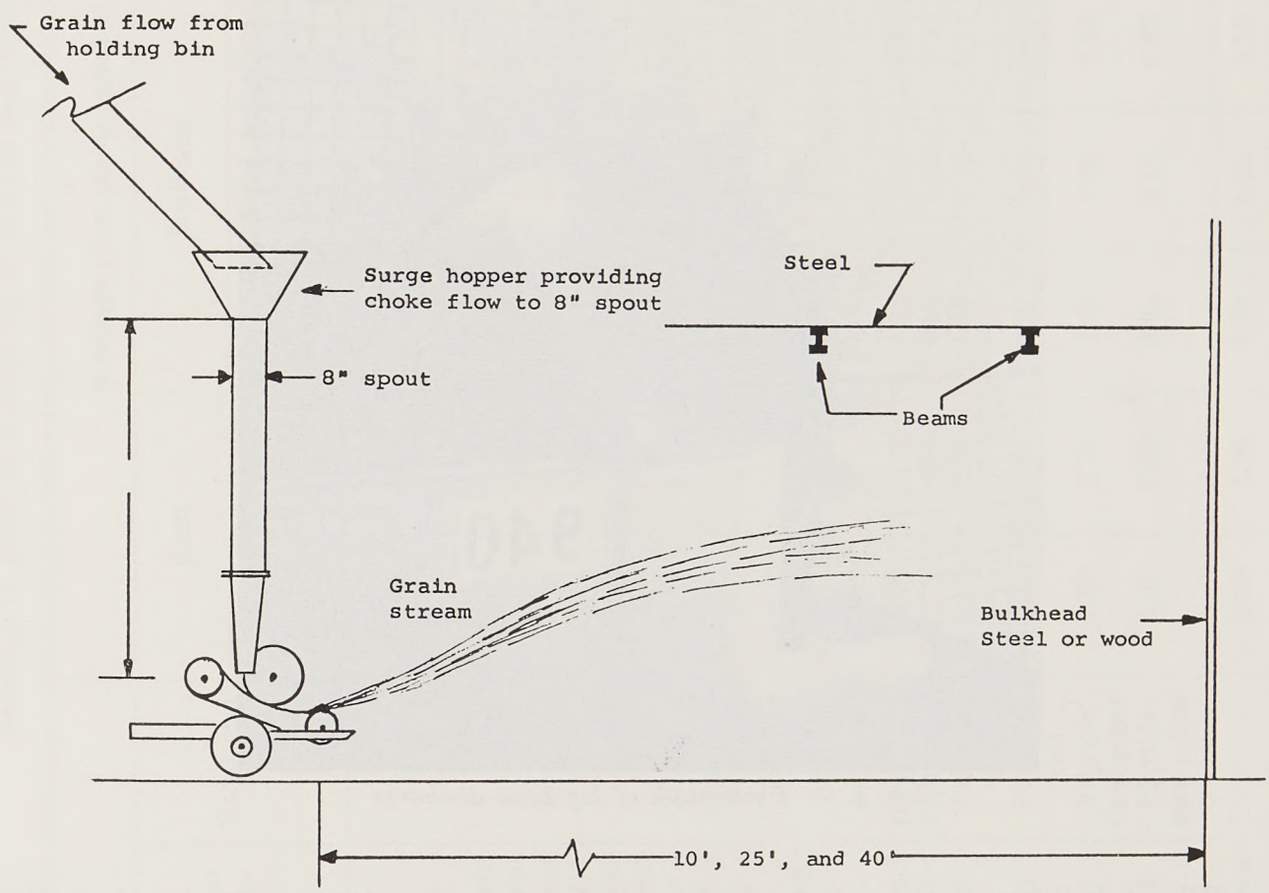


FIG. 3. — *Grain thrower and bulkhead arrangement used in the tests*

The screen sizes used in screen n° 2 closely approximated official sieve sizes and were as follows :

Grain	*Screen Opening* (inches)
Wheat	0.065 × 0.25 rectangle
Corn	0.159 square
Soybeans	0.158 × 0.50 rectangle

By definition, all material passing through screen n° 2 was considered breakage, in all cases slightly more than if official sieves had been used.

Whole pea beans are desired by the processors. It was expected and the tests confirmed that breakage and splits (breaking of the bean into two halves) would be excessive if handled like other grains. The data are included in tables 1 and 3.

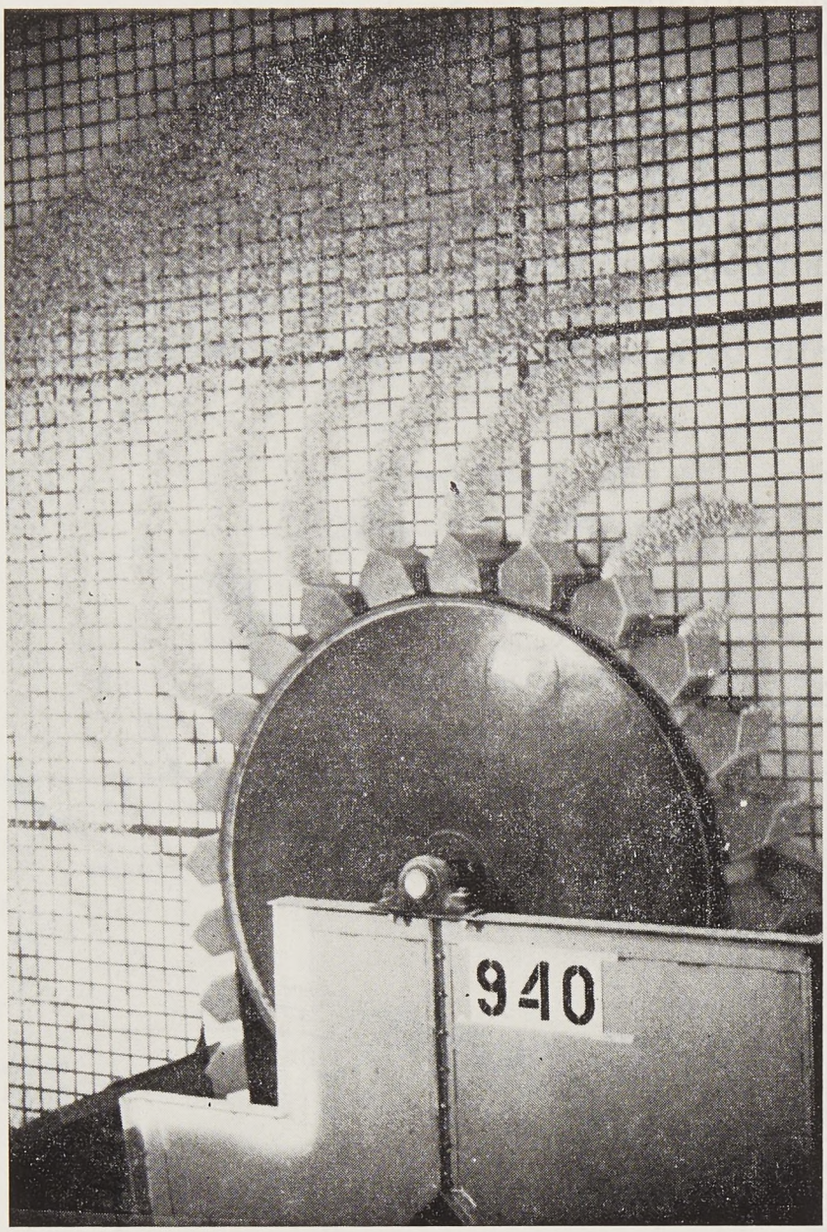


FIG. 4. — *Photograph of leg head discharge*

Wheat breakage was extremely low, indicating the strong structural configuration fo the wheat kernel. Breakage was less than 0.4 p. 100 even under the most severe conditions. Contrary to corn, wheat breakage decreased with successive handling and even after four repeated handlings totalled less than 1.0 p. 100. Tables 1, 2, 3 contain summary data for wheat. No significant differences between spring and winter wheat were found.

Physical damage of soybeans was classified by splits (beans split in half) and broken pieces that would be included in « foreign material ». The allowable level for splits is much higher than for « foreign material » under the U. S. Grain Standards. It is interesting to note that, even under the most severe conditions, a single

TABLE I

Breakage in grain from dropping in free fall and through spouting

Test conditions				Breakage (1) in grains tested at moistures and temperatures listed									
				Corn		Soybeans			Spring wheat		Winter wheat	Pea beans	
Drop height	Discharge orifice diameter	Impact surface	Spout end	12.6 % M 25°F	15.2 % M 31°F	11.0 % M 32°F	10.7 % M 46°F	12.6 % M 50°F	11.2 % M 27°F	12.9 % M 34°F	11.1 % M 45°F	16.9 % M 47°F	15.5 % M 62°F
Feet	*Inches*			p. 100	p. 100	p. 100	p. 100	p. 100	p. 100	p. 100	p. 100	p. 100	p. 100
Free fall :													
100	12	Concrete	—	12.01	6.87	4.01	3.2	1.40	0.36	0.15	0.21	—	—
70	12	Concrete	—	7.07	2.54	1.82	1.23	0.56	0.19	0.11	0.18	—	—
40	12	Concrete	—	3.59	0.27	0.89	0.62	0.24	0,16	0.12	0.15	—	—
100	8	Concrete	—	13.82	9.55	5.63	5.72	2.18	0.34	0.16	0.29	13.64	—
70	8	Concrete	—	10.83	5.03	2.99	2.22	0.97	0.20	0.11	0.18	—	—
40	8	Concrete	—	5.86	0.86	1.69	1.15	0.37	0.16	0.12	0.18	0.82	1.01
100	8	Grain	—	12.53	7.11	4.06	4.11	1.39	0.29	0.16	0.14	—	—
70	8	Grain	—	7.74	4.00	1.89	1.68	0.62	0.22	0.11	0.08	—	—
40	8	Grain	—	4.35	0.25	1.05	0.74	0.27	0.16	0.13	0.11	0.16	0.89
Average free fall tests :				8.64	4.05	2.67	2.30	0.89	0.23	0.13	0.17	4.87	0.95
Spouting :													
100	8	Steel	Bifurcated	8.32	2.22	1.82	1.57	0.59	0.23	0.14	0.14	3.50	1.26
40	8	Steel	Bifurcated	2.97	0.26	0.82	0.50	0.21	0.19	0.14	0.09	—	—
100	8	Steel	Flexible turn	7.02	1.53	1.45	1.32	0.41	0.21	0.10	0.12	—	—
40	8	Steel	Flexible turn	2.37	0.15	0.67	0.53	0.22	0.14	0.15	0.12	—	—
100	8	Steel	Flexible turn *w*/bar	7.99	2.72	2.07	2.28	0.65	0.24	0.14	0.13	—	—
40	8	Steel	Flexible turn *w*/bar	3.07	0.33	0.94	0.75	0.29	0.16	0.13	0.13	—	—
Average spouting tests :				5.29	1.20	1.30	1.16	0.40	0.20	0.13	0.12	3.50	1.26

(1) Mean of 3 test replications.

TABLE 2

Breakage in grain handled with a grain thrower

Test conditions			Breakage (1) in grains tested at moistures and temperatures listed									
			Corn				Soybeans			Spring wheat		Winter wheat
Thrower belt speed	Distance from thrower to bulkhead	Bulkhead material and position	13.2 % M 49°F	12.8 % M 78°F	15.4 % M 34°F	15.0 % M 76°F	11.1 % M 39°F	12.5 % M 41°F	10.7 % M 61°F	11.1 % M 36°F	12.9 % M 47°F	10.8 % M 44°F
F.p.m.	*Feet*		(p. 100)	(p. 100)	(p. 100)	(p. 100)	(p. 100)	(p. 100)	(p. 100)	(p. 100)	(p. 100)	(p. 100)
4 030	10	Steel-Vert.	5.53	1.98	1.66	0.94	1.49	0.84	0.77	0.15	0.13	0.14
4 030	10	Steel-Horz.	4.52	2.57	1.18	0.83	1.43	0.77	0.64	0.20	0.14	0.18
4 030	10	Wood-Vert.	5.34	2.27	1.41	0.97	1.47	0.67	0.51	0.27	0.14	0.22
4 030	25	Steel-Vert.	3.32	1.78	1.16	0.60	1,62	0.64	0.77	0.23	0.15	0.10
4 030	25	Steel-Horz.	3.54	1.59	0.88	0.52	1.28	0.69	0.66	0.23	0.17	0.08
4 030	25	Wood-Vert.	2.86	1.79	0.74	0.60	1.21	0.74	0.60	0.15	0.13	0.13
4 030	40	Steel-Vert.	2.88	2.08	1.04	0.61	1.08	0.67	0.60	0.23	0.17	0.09
4 030	40	Steel-Horz.	3.60	2.45	0.78	0.58	1.20	0.64	0.61	0.20	0.21	0.11
4 030	40	Wood-Vert.	2.00	1.51	0.65	0.57	1.01	0.60	0.51	0.14	0.12	0.11
3 030	10	Steel-Vert.	2.81	1.80	1.07	0.76	1.09	0.57	0.29	0.12	0.14	0.10
3 030	10	Steel-Horz.	2.53	1.65	1.30	0.58	0.98	0.60	0.35	0.15	0.10	0.15
3 030	10	Wood-Vert.	2.90	1.69	1.07	0.70	0.95	0.50	0.29	0.22	0.17	0.20
1 889	10	Steel-Vert.	1.56	0.75	0.55	0.39	0.61	0.40	0.40	0.13	0.14	0.08
1 889	10	Steel-Horz.	1.67	0.67	0.43	0.32	0.56	0.38	0.27	0.16	0.08	0.12
1 889	10	Wood-Vert.	1.47	0.79	0.58	0.35	0.60	0.37	0.23	0.21	0.15	0.18
Average all tests			3.10	1.69	0.97	0.62	1.11	0.61	0.50	0.19	0.14	0.13

(1) Mean of 3 test replications.

TABLE 3

Breakage in grain handled with a bucket elevator

Test conditions				Breakage (1) in grains tested at moistures and temperatures listed										
				Corn				Soybeans		Spring wheat		Winter wheat	Pea beans	
Belt speed	Boot feeding method	Bucket loading	Bucket style	13.3 % M 43°F	12.7 % M 85°F	15.1 % M 28°F	14.8 % M 84°F	10.8 % M 58°F	12.6 % M 43°F	10.9 % M 28°F	12.9 % M 36°F	11.5 % M 48°F	15.5 % M 63°F	17.2 % M 53°F
F.p.m.				(p. 100)	(p. 100)	(p. 100)	(p. 100)	(p. 100)	(p. 100)	(p. 100)	(p. 100)	(p. 100)	(p. 100)	(p. 100)
650	Front	1/2 Full	Nu-Hy	3.18	1.06	1.17	0.30	0.42	0.43	0.11	0.11	0.13	—	—
650	Front	Full	Nu-Hy	2.74	0.68	0.92	0.21	0.22	0.25	0.11	0.16	0.13	—	—
940	Front	1/2 Full	Nu-Hy	2.89	1.06	1.30	0.33	0.43	0.34	0.17	0.15	0.12	—	—
940	Front	Full	Nu-Hy	2.68	0.95	0.80	0.26	0.53	0.37	0.15	0.16	0.13	—	—
650	Back	1/2 Full	Nu-Hy	2.21	1.03	0.78	0.20	0.32	0.27	0.11	0.17	0.11	—	—
650	Back	Full	Nu-Hy	1.64	0.81	0.28	0.19	0.22	0.24	0.11	0.14	0.12	—	—
940	Back	1/2 Full	Nu-Hy	2.01	0.90	0.41	0.24	0.42	0.27	0.12	0.12	0.10	—	—
940	Back	Full	Nu-Hy	2.67	0.82	0.29	0.29	0.51	0.28	0.33	0.11	0.20	—	—
650	Front	1/2 Full	Link-Belt	2.95	1.06	1.00	0.21	0.37	0.36	0.15	0.15	0.11	—	—
650	Front	Full	Link-Belt	2.81	0.79	0.35	0.18	0.37	0.32	0.17	0.13	0.14	0.84	0.25
940	Front	1/2 Full	Link-Belt	3.03	0.96	0.39	0.32	0.46	0.40	0.18	0.13	0.10	—	—
940	Front	Full	Link-Belt	2.36	0.89	0.82	0.35	0.40	0.33	0.22	0.12	0.08	—	—
650	Back	1/2 Full	Link-Belt	2.48	0.67	0.24	0.38	0.29	0.24	0.15	0.12	0.13	—	—
650	Back	Full	Link-Belt	2.26	0.65	0.20	0.22	0.30	0.24	0.16	0.12	0.10	—	0.15
940	Back	1/2 Full	Link-Belt	2.67	1.38	0.79	0.28	0.68	0.33	0.18	0.12	0.18	—	—
940	Back	Full	Link-Belt	1.98	0.92	0.83	0.31	0.51	0.26	0.19	0.12	0.20	—	—
Average all tests				2.54	0.91	0.66	0.27	0.40	0.31	0.16	0.13	0.13	0.84	0.20

(1) Mean of 3 tests replications.

test would not result in splits as breakage that would exceed the limits of U. S. n° 1 soybeans. Summary data for soybeans are included in tables 1, 2 and 3.

The different tests will be discussed in more detail for corn, since this grain showed the greatest breakage effect, which therefore gives a clearer picture.

First let us look at the effect of moisture content and temperature (tabl. 4).

TABLE 4

Breakage was greater at lower corn moisture contents and temperatures (1)

Test condition	Number of tests	Breakage	
		Average (p. 100)	Range (p. 100)
Effect of corn moisture content			
Drop tests :			
12.6 p. 100	15	7.3	2.4-14.0
15.2 p. 100	15	2.9	0.1-9.8
Thrower tests :			
13.0 p. 100	29	2.4	0.6-5.6
15.2 p. 100	30	0.8	0.3-1.9
Bucket elevator tests :			
13.0 p. 100	32	1.7	0.6-3.5
15.0 p. 100	32	0.5	0.2-1.5
Effect of corn temperature			
Thrower tests :			
41°F	30	2.0	0.4-5.6
77°F	29	1.2	0.3-2.8
Bucket elevator tests :			
36°F	32	1.6	0.2-3.5
84°F	32	0.6	0.2-1.5

(1) Data from all variables, except those shown, were averaged to show overall effect.

This table pools all the test data for corn at a given moisture content or temperature under specified condition. It can be readily seen that moisture differences as little as 2 p. 100 reduce breakage drastically. The reductions for temperature differences are less dramatic. In any case, the higher the moisture content or temperature in both the lower the resulting breakage regardless of handling method.

Maximum breakage resulted from drops on a concrete surface inclined 45 degrees, minimum breakage from drops onto a grain surface (tabl. 5).

Breakage increased with increased drop height.

Only two stream sizes were used in the drop tests — the greater stream size resulted in less breakage, possibly due to the cushioning affect of the additional grain impacting on the surface.

In practice, the data can be used to show the effects involved in filling an empty 30 meter bin with grain. Initially, grain impacts on the steel or concrete bottom 30 meters down. As the bottom is covered, the impact is grain on grain, at rapidly decreasing drop height as the bin fills. Breakage could be expected to be 9.55 p. 100 initially at 30 meters on concrete, decreasing to 0.25 p. 100 at 12 meters, grain on grain (tabl. 1).

TABLE 5

Breakage produced by dropping corn in free fall (1)

Test condition	Number of tests	Breakage	
		Average (p. 100)	Range (p. 100)
Drop height :			
100 feet	6	10.2	6.9-14.0
70 feet	6	6.2	2.3- 7.9
40 feet	6	2.5	0.2- 5.9
Impact surface :			
concrete — 45°	6	7.7	0.8-14.0
grain — 90°	6	6.0	0.2-12.7
Stream size :			
8″ discharge	6	7.7	0.9-14.0
12″ discharge	6	5.4	0.2-13.6

(1) Data from all variables, except those shown, were averaged to show overall effect.

Velocity was measured by using a high-speed movie camera (Hycam model K 20 S4 E 16 mm motion picture camera, Red Lakes Laboratory, Santa Clara, California, U. S. A.) to take pictures againts a calibrated background and measuring the movement of a single kernel against time blips on the film (fig. 5). Velocities as high as 21 meters per second were measured and in all but one condition breakage was directly related to velocities. In drops through spouting grain flow was greater than in free fall through an equivalent opening, probably resulting in higher velocities. Breakage however was less, the greater mass flow probably cushioning the impact.

The grain thrower (Stephens-Adamson 16 inch swivel piler), often used in trimming grain in a vessel hold, has been blamed for causing much breakage. Surprisingly, the data obtained show only moderate breakage, related basically to belt speed and distance to impact surface (tabl. 6).

Breakage in the boot of a bucket elevator averaged only about 1.0 p. 100. Half-full buckets averaged slightly higher, feeding the buckets on the down-leg side slightly less (tabl. 3).

Consecutive tests with wheat, using the same grain, caused less breakage as

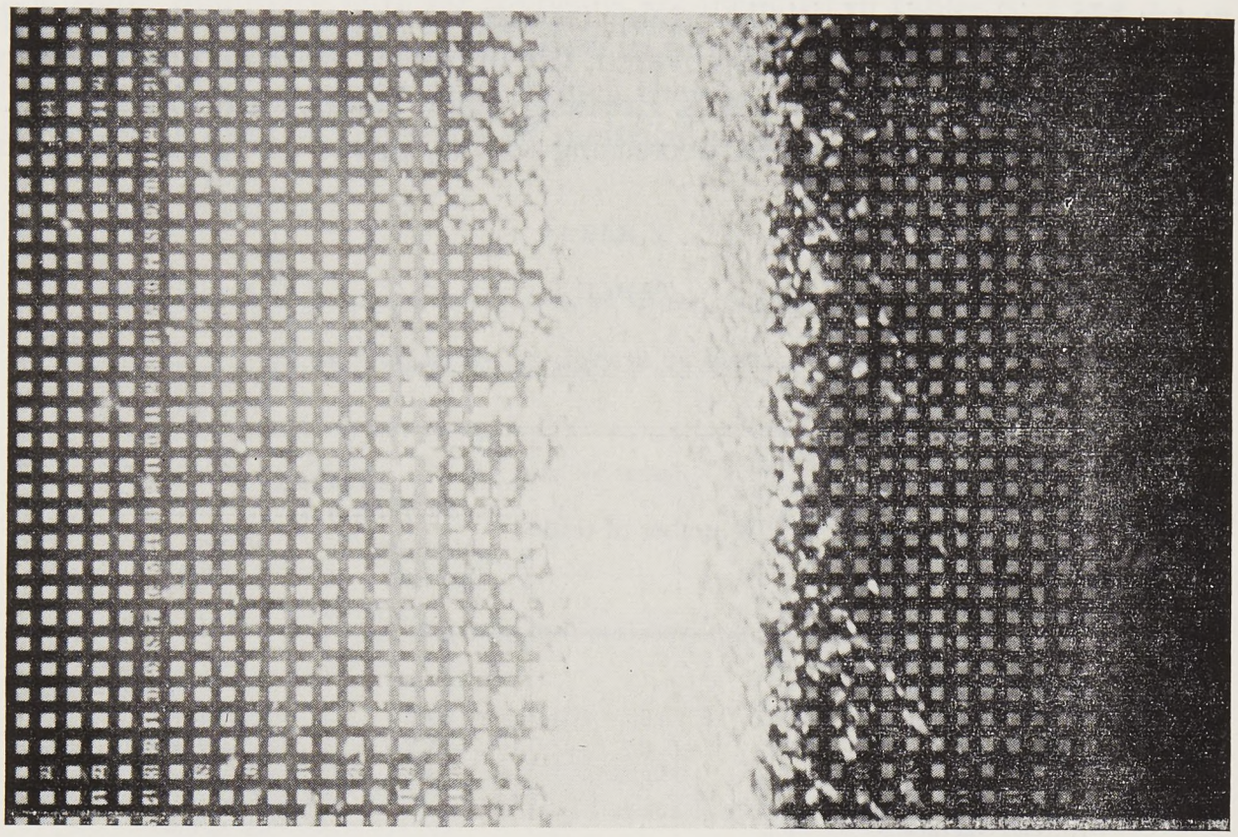


FIG. 5. — *One frame of the high speed film used on determining grain free fall velocity*

TABLE 6

Corn breakage in grain thrower tests (1)

Test condition	Number of tests	Breakage	
		Average (p. 100)	Range (p. 100)
Belt speed :			
4 030 f.p.m.	12	2.4	0.5-5.6
3 030 f.p.m.	12	1.6	0.5-2.9
1 889 f.p.m.	12	0.8	0.3-2.0
Bulkhead type :			
wood vertical	20	1.5	0.3-.55
steel vertical	20	1.7	0.3-5.6
steel horizontal	19	1.7	0.3-4.9
Bulkhead distance :			
10 feet	12	2.4	0.3-5.6
25 feet	12	1.6	0.5-3.6
40 feet	12	1.6	0.5-3.7

(1) Data from all variables, except those shown, were averaged to show overall effect.

testing progressed. But consecutive tests with corn resulted in about the same percentage breakage every time, the fourth handling being equal to the first in percentage breakage. No significant difference resulted when the same or a new lot of corn was used every time or breakage was removed or remained in the test lot (tabl. 7).

TABLE 7

Effect of repeated handling on corn breakage (1)

Test replication (Number)	New corn each replication		Same corn each replication with			
			Breakage removed after each replication		Breakage retained after each replication	
	Breakage each replication (p. 100)	Cumulative breakage (p. 100)	Breakage each replication (p. 100)	Cumulative breakage (p. 100)	Breakage each replication (p. 100)	Cumulative breakage (p. 100)
1	5.3	—	5.1	—	5.3	—
2	5.5	10.8	5.8	10.9	6.8	12.1
3	5.2	16.0	5.4	16.3	6.9	19.0
4	—	—	4.7	21.0	5.7	24.7

(1) Tests with grain thrower : belt speed, 4 030 f.p.m. — wood bulkhead 10 feet from thrower — corn at 13.2 p. 100 moisture and 49°F.

Some general conclusions can be drawn from this project. Handling grain at higher moistures and temperatures reduces physical damage but at some point will lead to increased biological damage since storage life is determined by moisture and temperature. Some interaction of these factors occurs since whole kernels with unbroken seed coats store better under identical conditions than kernels with broken seed coats. Reduced grain velocity at impact, especially less than 12 meters per second, reduces physical damage, as does type of impact surface to some extent. Drops of 12 meters or less, particularly grain on grain, are definitely helpful in reducing breakage. Increasing the size of the grain stream also is beneficial.

As always, economic factors determine what is feasible, since none of the remedies suggested come for free. Reduced bin height, slower handling, additional equipment to reduce velocity, higher temperatures and moistures, which increase storage risk, all add to the cost, which may or may not be offset by lower breakage. Much work needs yet to be done before all the questions can be answered satisfactorily.

It must be remembered, when examining the data from this project, that many of the tests represent the most severe conditions encountered in commercial grain handling and on average much lower breakage can be expected.

RÉSUMÉ

CASSURE DU GRAIN A LA SUITE DE MANUTENTIONS

Des recherches ont été faites sur le blé de printemps, le blé dur rouge d'hiver, le maïs, les graines de soja et de pois, pour étudier les dégâts causés au cours des différentes manutentions.

Cet exposé étudie l'influence de l'humidité des grains, de la température, de la surface d'impact, de la vitesse, de la hauteur de chute et des genres de matériels utilisés au cours des manutentions, sur l'importance des dégâts.

ZUSAMMENFASSUNG

KORNERBRUCH DURCH GETREIDEFÖRDERUNG

Es wurden Forschungen an Sommer- und Winterweizen, Mais, Sojabohnen und Erbsen durchgeführt, um den verschidenen Etappen der Förderung festzustellen.

Dieser Beitrag beschreibt den Einfluss der Feuchtigkeit, der Temperatur, der Aufprallfläche, der Geschwindigkeit, der Fallhöhe, und des eingesetzten Materials bei der Forderung auf den Umfang des Kornbruchs.

REFERENCES

Fiscus D. E. *et al.*, 1971. Grain-stream velocity measurements. *Transactions of the A. S. A. E.*, 14, 1, 162-166.

Fiscus D. E. *et al.*, 1971. Physical damage of grain caused by various handling techniques. *Transactions of the A. S. A. E.*, 14, 3, 480-491.

United states department of agriculture, 1969. Ninth dry bean research conference proceedings. *Agricultural Research Service A. R. S.*, 74-50, 94.

United states department of agriculture, 1970. Official grain standards of the United States.

United states department of agriculture. *Grain breakage caused by commercial handling methods marketing research.* Report n° (to be published).

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (3), 257-273.

ACCELERATED DRYING OF PADDY

J. R. ARBOLEDA, A. S. MANALO and A. U. KHAN

International Rice Research Institute,
P. O. Box 1300 MCC,
Makati, D 708 (Philippines)

SUMMARY

Paddy is generally harvested in the tropics at 20 to 30 percent moisture levels and dried to 14 percent for safe storage. To maintain high head rice recoveries, extreme care is necessary to ensure slow, uniform drying of wet paddy with conventional dryers. The slow rate of drying requires multipass drying and larger-sized drying equipment involving substantial capital investments. It has not been possible to accelerate the drying process with conventional dryers because of the adverse effect in milling quality. In order to reduce the cost of drying paddy in the labor-abundant, capital-scarce regions of the tropics, it is essential that accelerated paddy drying equipment and systems be developed.

This paper will review the progress of the work done in rice drying research and development at The international Rice Research Institute with particular emphasis on accelerated paddy drying. It will discuss the systems and the extent of tests done on :

1° conduction drying-parboiling of paddy with heated sand,
2° direct-flame drying and
3° work done to develop a small batch type dryer employing a rice husk furnace as a heat source for rural farmers in the tropics.

Accelerated paddy drying can reduce costs due to the reduction of drying time, minimizing spoilage losses that incur during wet harvest seasons, reducing grain handling and any improvement in grain quality that may occur in the process. Because of the high temperatures involved, rapid drying methods can be used when the retention of paddy viability is not necessary. Paddy for seed can be dried with conventional hot air driers to retain seed viability.

Paddy is usually harvested at 23 to 32 p. 100 moisture level (1) and is dried to 16 p. 100 for storage or milling. Drying paddy with conventional stationary or

(1) Unless otherwise stated, all moisture content used in this paper is expressed in dry basis (d. b.).

continuous flow driers requires a carefully controlled rate of moisture removal. Increasing the moisture removal rate to beyond 3 to 5 p. 100 for each pass in the continuous flow driers adversely affects the milling yield.

Limited work has been done on accelerated drying of paddy using a conduction process. Preheating paddy by subjecting it to an infrared field before conventional hot air drying results in 45 to 85 p. 100 saving in drying time (WRATTEN and FAULKNER, 1968). The application of infrared heat, however, requires equipment which is difficult to obtain in the developing countries. CHANCELLOR (1968) showed that it is possible to dry paddy with conducted heat by placing it on a heated metal surface and stirring it mechanically. While it was possible to dry paddy with this method, moisture removal was slow and excessive localized heating of individual grains was a problem. CHANCELLOR suggested a granular medium such as sand to reduce the problem of localized grain heating. The use of heated sand in the parboiling of paddy has been practiced in some parts of India (SETHI *et al.*, 1937). Controlling of exposure time and sand temperature are serious problems in the process. JONES (1946) suggests harvesting of paddy at high moisture levels to eliminate the soaking process in the parboiling operation.

To gain additional background information in the accelerated drying of paddy, laboratory experiments have been conducted using hot sand and gas flame as the heat transfer media. Preliminary trials indicated that the two heat transfer media did not produce any detectable adverse effects on the grain and milling tests showed the potential of high head rice yields.

The succeeding discussion deals mainly with the nature and scope of the work performed in the development of both the process and the machines for both hot sand and direct flame accelerated conduction drying.

HEATED-SAND CONDUCTION DRYING

Laboratory experiments to accelerate the rate of paddy drying were conducted, using heated-sand as the heat conduction medium. Sand was heated in an oven to about 190 to 240°C and mixed with paddy for 15 to 60 seconds by simultaneously pouring 200 grams wet paddy and 4,000 grams heated sand (1 : 20 paddy-sand ratio) into a container. The mixture was shaken vigorously to evenly distribute and mix the paddy and sand. The temperature was measured after the desired exposure time and the mixture was then poured onto a shaking sieve for sand separation. Moisture contents of the samples were recorded after the grain cooled.

Results from the laboratory tests suggest that it is possible to simultaneously dry and parboil paddy to about 18 p. 100 moisture content by exposing it to heated sand. A significant increase in head rice was noted using the heated-sand treated samples when compared with the shade dried control during the first 15 seconds of exposure (fig. 1) (1). Observation and microscopic examination of the treated samples indicated that the increase in head rice was due to the gelatinization of starch granules which cemented sun checks and other fissures in the grain. The results indicate

(1) All milling tests in the investigation were conducted after paddy had been air dried to 16 percent moisture content.

that the process is sensitive to the right combination of sand temperature, paddy-sand exposure time and initial moisture content. Optimum results from the laboratory experiments were obtained with 204°C sand temperature and 15 seconds exposure time at 30 p. 100 initial paddy moisture content and 1 : 20 paddy-sand ratio.

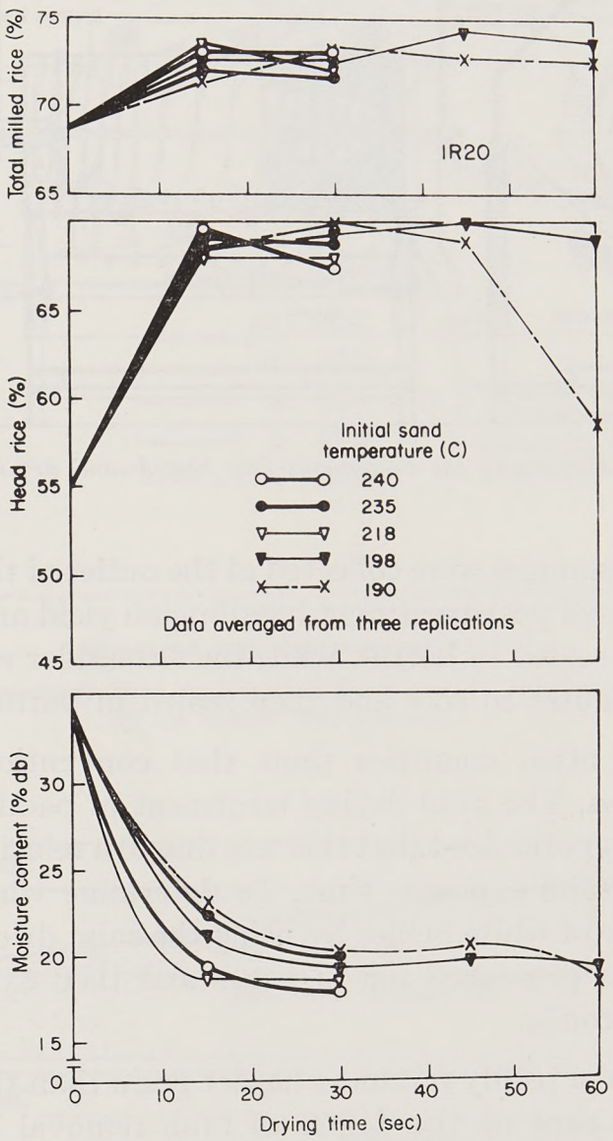


FIG. 1. — *Effect of accelerated drying rates on the milling recovery of IR20 paddy with a high initial moisture content*

Using the results of the laboratory experiment, a continuous-flow, heated-sand rotary drier was designed. It consists of a rotating cylinder with provisions for the introduction, mixing and removal of heated sand and grain, a semi-circular sandpan below the cylinder, LPG burners, a grain feeding mechanism, cover, firebox wall and frame. The original machine has recently been redesigned to improve its efficiency and capacity (fig. 2). Improvements and modifications to the continuous-flow sand drier has improved the thermal efficiency from 27.5 to about 42.2 p. 100 based on 1,100 BTU/lb of water evaporated from the paddy.

Several tests were conducted to determine the effects of a number of variables on yield and quality of the milled rice.

1. Using sand temperature and initial paddy moisture content as the variables, paddy with 30 p. 100 moisture content was first dried on a concrete floor to 16-23-25-27 and 30 p. 100 before it was subjected to a range of eight sand temperatures

— 127-132, 139-143, 149-154, 160-166, 171-177, 182-188, 193-199 and 204°C. After 15 seconds exposure at the desired sand temperature, grain temperatures were taken and samples were immediately sealed in bottles.

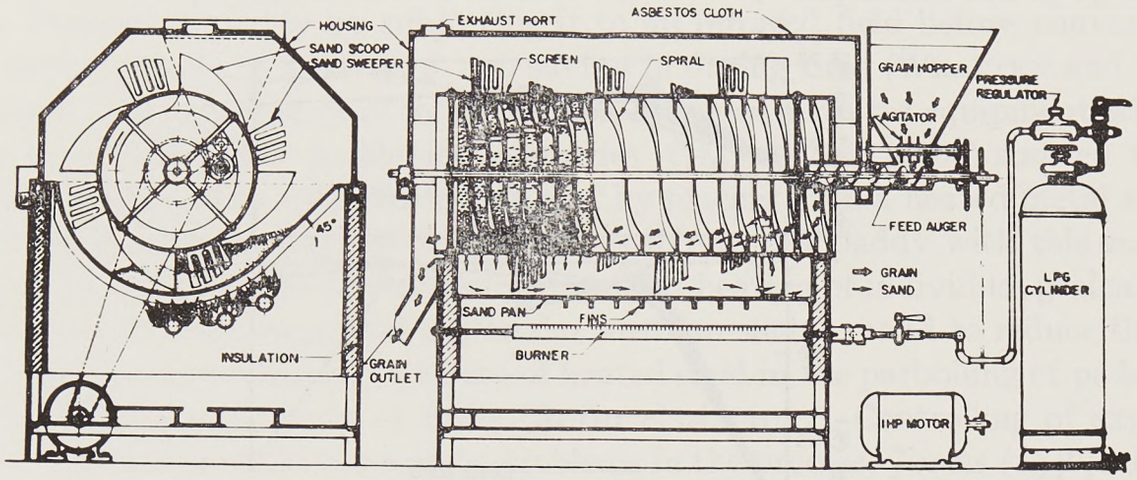


FIG. 2. — *Schematic drawing of the continuous-flow heated-sand drying and parboiling machine*

2. Two separate samples were collected at the outlet of the machine to allow examination of the effects of post-treatment handling on yield and quality. The first sample was immediately sealed in bottles while the remainder were spread on a concrete floor for about 30 minutes to cool and then sealed in bottles.

3. Results from other countries show that conventional parboiling removes nearly all white bellies. The sand drying treatment of paddy does not eliminate all white bellies. It was hypothesized that this was due to a relatively low paddy moisture content and a short sand exposure time. To determine whether it was possible to decrease the incidence of white bellies by using the sand drier, several tests were run using paddy that was presoaked for 24 hours and then exposed to the sand drier for 20, 30 and 40 seconds.

4. Gelatinization of paddy produces harder grain than the control. To determine the effect of milling time on the degree of bran removal between sand-dried and control samples, milling tests were conducted so that a comparison could be made on the basis of both equal degrees of bran removal and equal time in the miller.

Test results with the sand temperature and the initial paddy moisture content as variables are shown in fig. 3 and 4. A direct correlation between grain and sand temperature was assumed with constant grain-sand exposure time. Figure 3 shows that the heated-sand treatment of paddy at an initial moisture content above 25 p. 100 resulted in an increase in head rice yield of 5 percentage points over the control. Head rice yields decreased when paddy with an initial moisture content below 25 p. 100 were exposed to grain temperatures of 118°C. Above 118°C, milling yields improved. It seems from these tests that a critical factor is the rate of heat transfer into the grain. With low initial moisture paddy and lower sand temperatures, moisture seems to be released before adequate gelatinization can take place. The same paddy, when heated rapidly by a higher sand temperature, momentarily retains adequate moisture to ensure gelatinization of the starch.

Figure 4 shows the related sand temperatures and initial moisture contents at

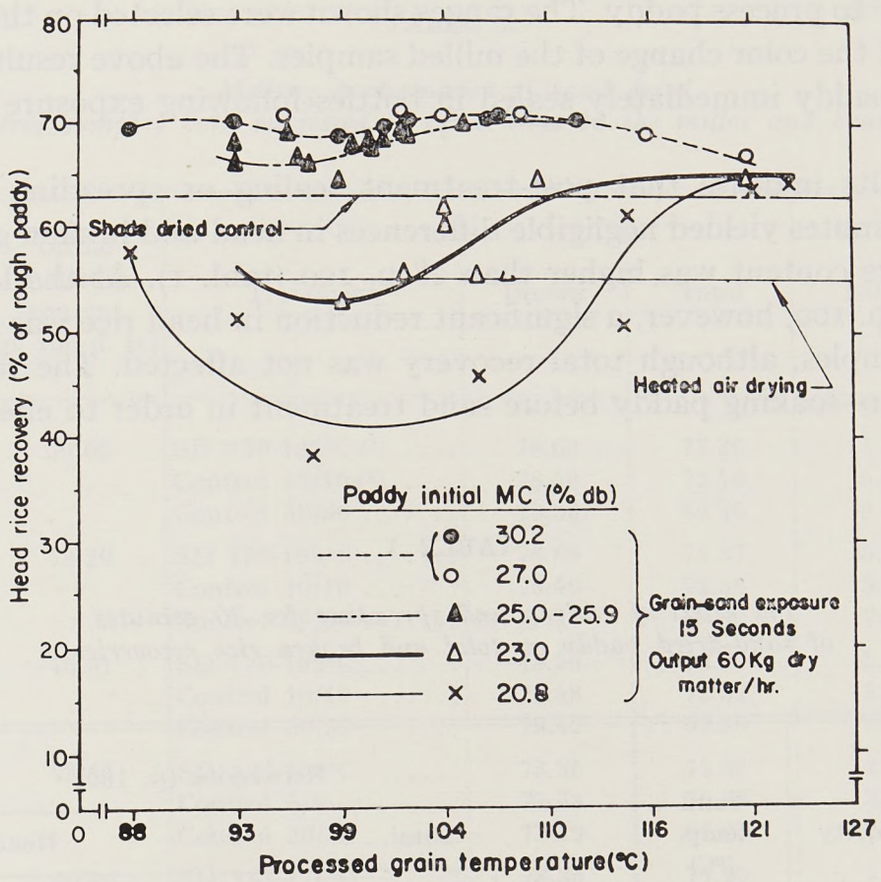


FIG. 3. — *Head rice recovery from paddy at different initial moisture levels when dried by the heated sand process*

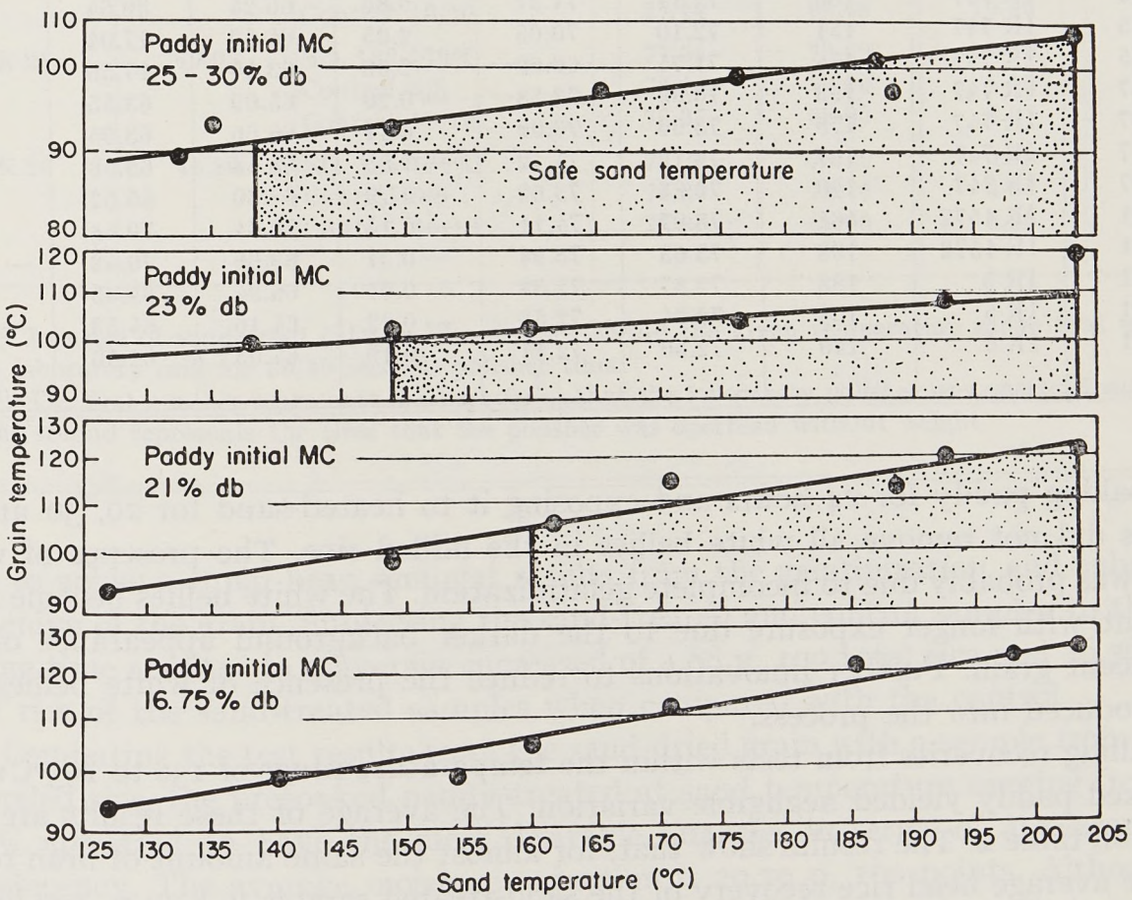


FIG. 4. — *Safe sand temperature ranges for processing paddy with different moisture levels*

which it is safe to process paddy. The ranges shown were selected on the basis of head rice yields and the color change of the milled samples. The above results were measured with the paddy immediately sealed in bottles following exposure to the heated sand.

Test results indicate that post-treatment sealing or spreading of sand-dried grain for 30 minutes yielded negligible differences in head and broken grain when the initial moisture content was higher than 28 p. 100 (tabl. 1). At the lower moisture content of 23 p. 100, however, a significant reduction in head rice was obtained from the spread samples, although total recovery was not affected. The results indicate the need for pre-soaking paddy before sand treatment in order to effectively utilize the process.

TABLE 1

The effect of sealing and spreading for 30 minutes of sand-dried paddy on total and broken rice recoveries

Initial moisture content (p. 100 d. b.)	Variety	Sand temp. (°C)	Recoveries (p. 100)					
			Total			Head rice		
			Sealed	Spread	Diff.	Sealed	Spread	Diff.
23.35	IR 747	185	71.97	71.20	0.77	61.09	51.39	9.70
23.35	IR 747	166	72.11	71.31	0.80	66.24	30.64	35.60
23.35	IR 747	151	72.10	70.05	2.05	64.19	17.04	47.15
23.35	IR 747	144	71.74	69.68	2.06	63.49	14.56	48.93
28.67	IR 747	193	73.38	73.58	— 0.20	65.09	63.55	1.54
28.67	IR 747	178	73.50	73.09	0.41	66.66	63.95	2.71
28.67	IR 747	167	73.12	74.12	— 1.55	68.58	65.58	3.00
28.67	IR 747	140	72.83	73.62	— 0.79	68.30	65.52	2.78
33.71	IR 1572	161	73.97	74.11	— 0.14	70.64	70.48	0.16
33.71	IR 1572	138	73.63	73.94	— 0.31	69.66	70.42	— 0.76
42.31	IR 5	188	72.37	72.38	— 0.01	65.34	64.05	1.29
42.31	IR 5	154	72.24	72.46	— 0.22	64.16	64.53	— 0.37
42.31	IR 5	140	72.30	72.11	0.19	64.03	62.56	1.47

Soaking paddy for 24 hours and exposing it to heated-sand for 20, 30 and 40 seconds did not remove all white bellies in the milled rice. The presence of white bellies was probably due to incomplete gelatinization. The white bellies became more apparent with longer exposure due to the darker background appearance of the translucent grain. Further innovations to reduce the presence of white bellies will be introduced into the process.

Milling recoveries from tests within the temperature range of 130 to 195°C using presoaked paddy yielded negligible variation. The average of these results are presented on table 2. The results show that, for almost the same amount of bran removal, the average head rice recovery of the sand-treated sample is 8.39 p. 100 higher than the control. The sand-treated samples must be milled from three to six times longer than the controls to remove the same amount of bran. The difference in milling

TABLE 2

Milling performance of sand dried and control samples both subjected to equal time in the miller and bran removal

Variety	Initial moisture content (p. 100 d. b.)	Treatment	Brown	Total	Diff.	Head
C 4	50.66	SD 139-186°C (1)	78.68	73.36	5.42	70.76
		Control 10/10 (2)	78.40	72.40	6.00	62.76
		Control 30/30	78.08	69.36	8.72	51.84
C 4	48.29	SD 139-195°C	78.68	73.37	5.31	70.93
		Control 10/10	78.40	72.56	5.84	62.92
		Control 30/30	78.24	68.80	9.44	56.32
C 4	46.61	SD 130-192°C	78.55	73.20	5.35	70.70
		Control 10/10	78.48	72.52	5.96	62.76
		Control 30/30	78.42	69.60	8.82	56.56
IR 24	43.41	SD 132-152°C	78.36	74.38	3.98	71.55
		Control 5/5	77.68	74.60	3.08	64.68
		Control 30/30	77.79	67.87	9.92	55.87
IR 24	40.86	SD 131-176°C	78.35	74.20	4.12	71.34
		Control 5/5	78.60	75.60	3.00	66.80
		Control 30/30	78.27	68.24	10.03	55.60
IR 24	42.59	SD 137-188°C	78.19	74.05	4.15	69.82
		Control 5/5	77.60	73.68	3.92	62.96
		Control 10/10	77.44	66.48	10.96	53.89
IR 24	49.03	SD 133-179°C	77.54	73.69	3.85	68.73
		Control 5/5	76.16	72.00	4.16	56.58
		Control 10/10	76.37	68.00	8.37	50.95
IR 24	48.80	SD 134-174°C	77.77	73.89	3.88	69.55
		Control 5/5	76.80	72.16	4.64	56.80
		Control 10/10	76.80	68.00	8.80	51.47

(1) Average of sand-dried (SD) paddy samples within the given temperature range that was milled in the laboratory mill for 30/30 seconds polisher time.

(2) The first number represents the time (sec.) that the laboratory polisher was opertead with weight and the second represents the time that the polisher was opertead without weight.

time to achieve equal bran removal results from the gelatinization and subsequent hardening of the grain. Subjecting the sand-treated and control samples to the same milling time resulted in a average increased of 4.88 p. 100 total rice and 16.36 p. 100 head rice of the sand-treated samples when compared with the control.

Comparing the test results from the sand-dried grain with a sample from regular parboiled rice, the presoaked paddy treated at sand temperature ranging from 150-180°C appeared to have the most desirable qualities in terms of appearance and translucency. The average moisture reduction is 20.79 p. 100 points. Although the moisture reduction above this sand temperature range is high, the milled rice is not uniform and has a darker appearance. Below this temperature range, the average

moisture extraction is 15.28 p. 100 points but the color of the rice is more uniform. Generally, the sand treated samples had a better appearance than the regular commercially parboiled rice samples obtained from many countries in Southeast Asia.

DIRECT-FLAME DRYING

Laboratory experiments on accelerated drying were conducted by placing wet paddy on a shaking metal screen held directly over a flame. The materials used were an LPG burner with a thermal output of 8,800 BTU/h, a 25.4 × 33 cm perforated tray, 170-gram samples, and glass jar containers. The samples were poured into the tray held 2.5 cm above the flame and exposed from 15 to 150 seconds in steps of 15 seconds. The paddy was constantly agitated by shaking the tray to reduce localized heating. Grain temperature was measured after the flame treatment and the samples were spread for 10 minutes in ambient air to complete the drying process. The samples were then sealed in bottles. The moisture content of the grain was taken both before and after flame exposure.

Test results from the direct-flame grain drying experiment are shown in fig. 5 and 6. Figure 5 indicates a higher moisture removal in the early stages which gradually declines with longer exposure times. The radial lines indicate the same grain temperature after direct-flame exposure. Figure 6 shows that head rice recover from paddy at 34 and 36 p. 100 initial moisture content was higher than the control for the whole range of exposure times used. Paddy with an initial moisture content of 22 p. 100 resulted in a lower head yield than the control. Further examination of

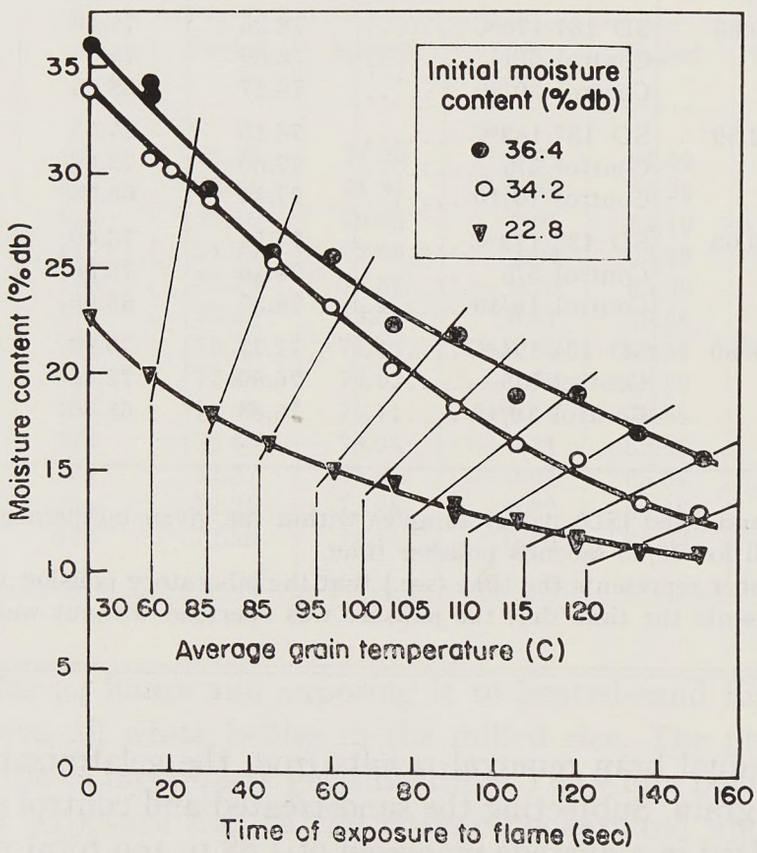


FIG. 5. — *Exposure time versus moisture content for three paddy samples with different initial moisture contents in conducted heat drying of agitated paddy*

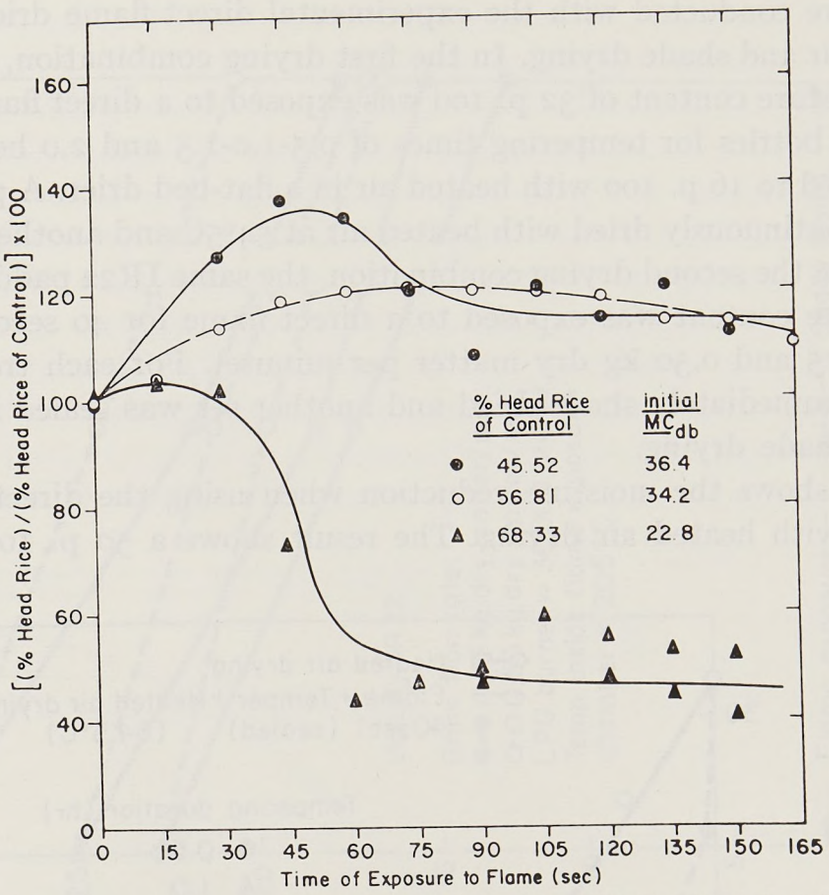


FIG. 6. — *Head rice yields from three paddy samples with different initial moisture contents with conducted heat drying of agitated paddy*

the samples disclosed that the process produced a parboiling effect and a more translucent milled rice from the paddy with high initial moisture content.

From the results of the laboratory test, a continuous-flow direct flame laboratory drier was designed. The machine consists of a rotating perforated cylinder with an internal spiral baffle, an LPG burner, a cover and a feeding mechanism. The machine has undergone several modifications to improve its thermal efficiency and drying capacity (fig. 7).

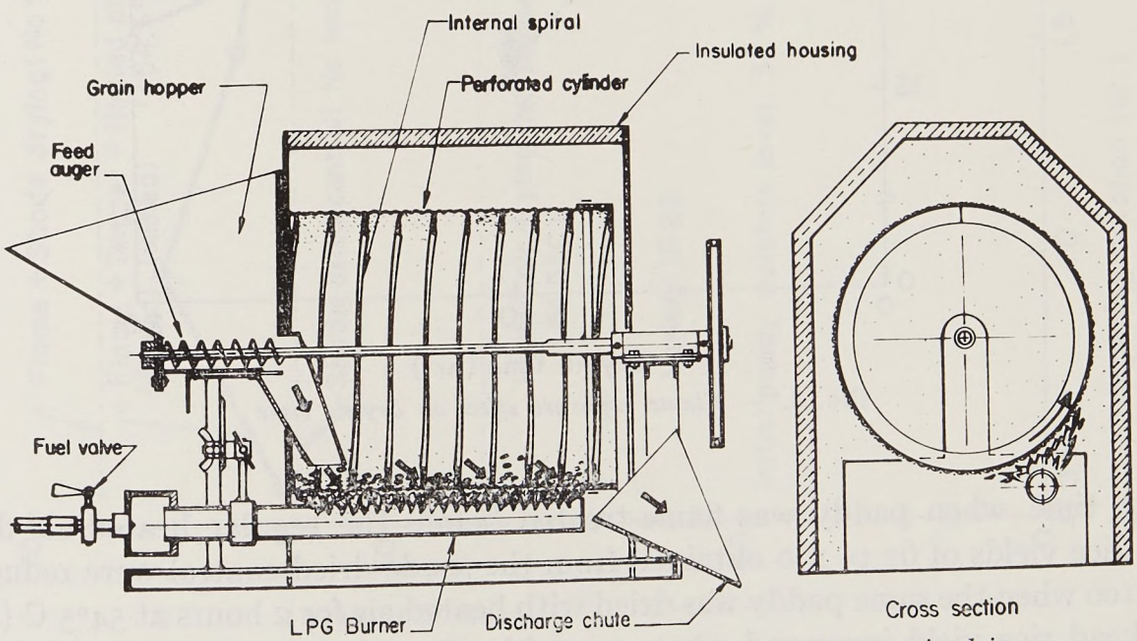


FIG. 7. — *Schematic drawing of a direct flame laboratory grain drier*

Tests were conducted with the experimental direct flame drier in combination with heated air and shade drying. In the first drying combination, IR22 paddy with an initial moisture content of 32 p. 100 was exposed to a direct flame for 40 seconds and sealed in bottles for tempering times of 0.5-1.0-1.5 and 2.0 hours. The samples were later dried to 16 p. 100 with heated air in a flat-bed drier. A portion of the wet paddy was continuously dried with heated air at 54°5C and another was shade-dried as a control. In the second drying combination, the same IR22 paddy with a different initial moisture content was exposed to a direct flame for 40 seconds at two grain flow rates (0.25 and 0.50 kg dry matter per minute). For each treatment, a set of samples was immediately shade-dried and another set was sealed in bottles for one hour before shade drying.

Figure 8 shows the moisture reduction when using the direct-flame method in combination with heated air drying. The result shows a 50 p. 100 saving in total

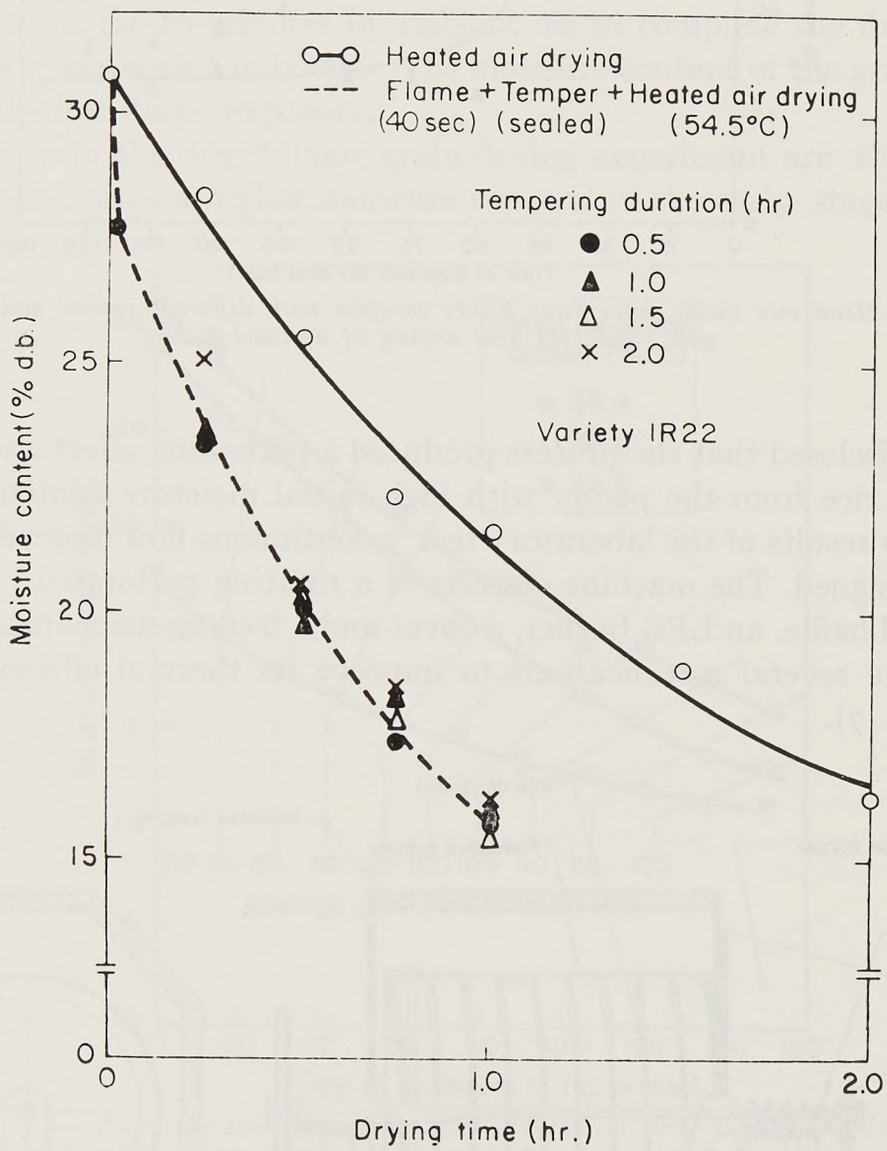


FIG. 8. — *Flame exposure effect on drying time*

drying time when paddy was flame-treated before the regular heated-air drying. Head rice yields of 62 p. 100 obtained from the shade-dried control were reduced to 57 p. 100 when the same paddy was dried with heated air for 2 hours at 54°5 C (fig. 9). The head rice yield improved when a combination of direct-flame and heated-air

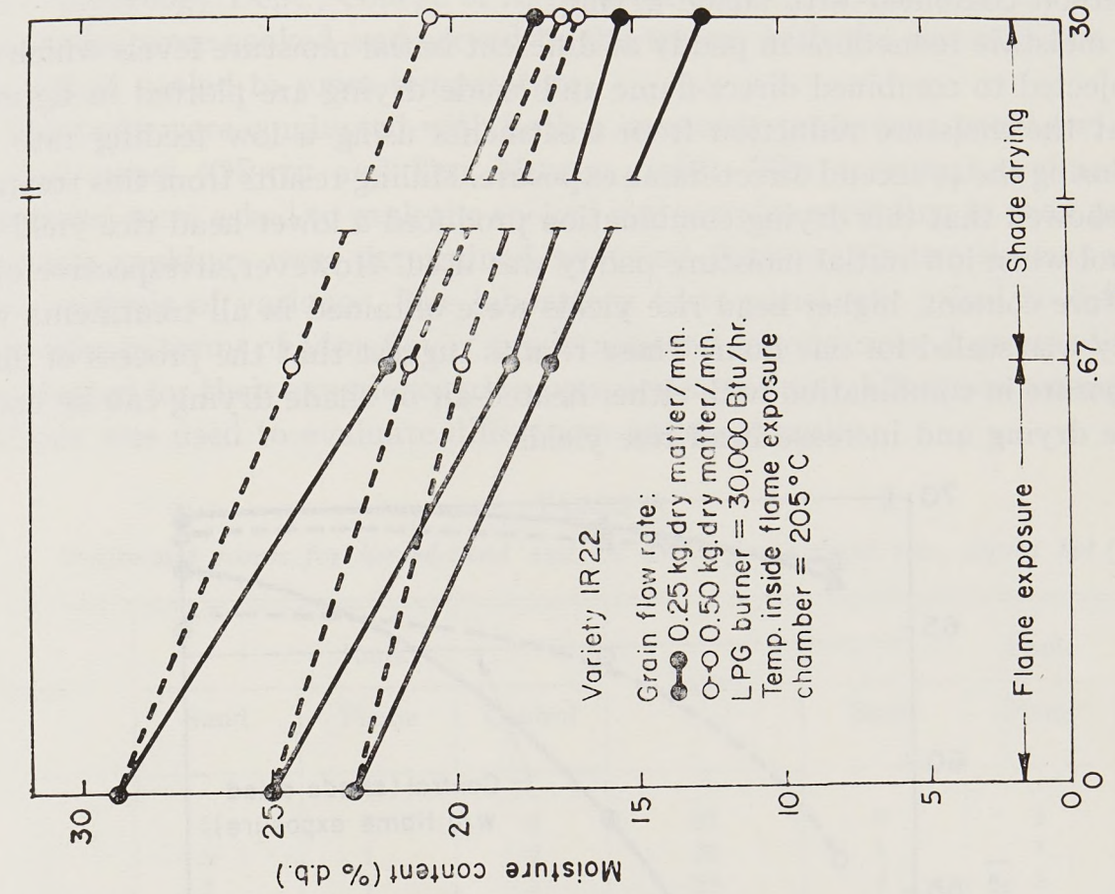


FIG. 10. — *Flame exposure effect on drying rate*

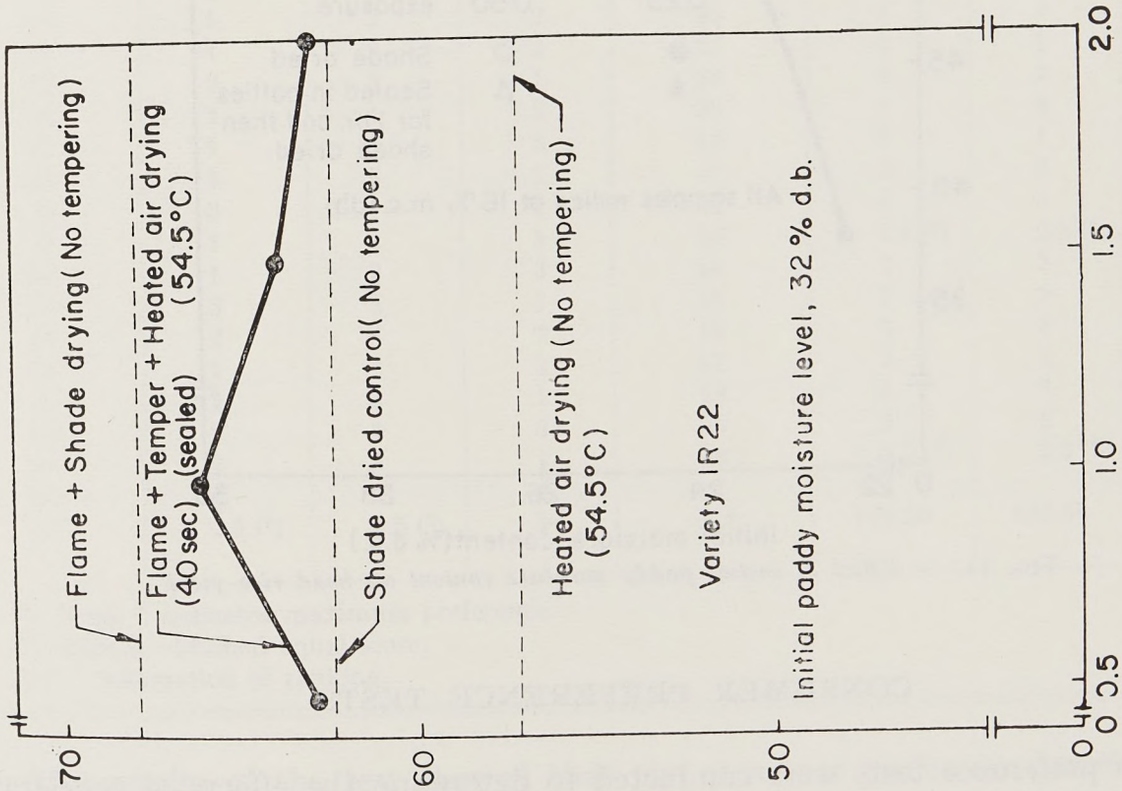


FIG. 9. — *Head rice yields for different drying treatments*

drying was used. The highest head rice yield of 68 p. 100 was obtained from the direct-flame method combined with shade drying.

The moisture reductions in paddy at different initial moisture levels which have been subjected to combined direct-flame and shade drying are plotted in figure 10. Note that the moisture reduction from treatments using a low feeding rate were highest during the 40 second direct-flame exposure. Milling results from this treatment (fig. 11) showed that this drying combination produced a lower head rice yield than the control when low initial moisture paddy was used. However, irrespective of initial moisture content, higher head rice yields were obtained in all treatments when the paddy was sealed for one hour. These results suggest that the process of direct-flame exposure in combination with either heated-air or shade drying can be used to accelerate drying and increase head rice yields.

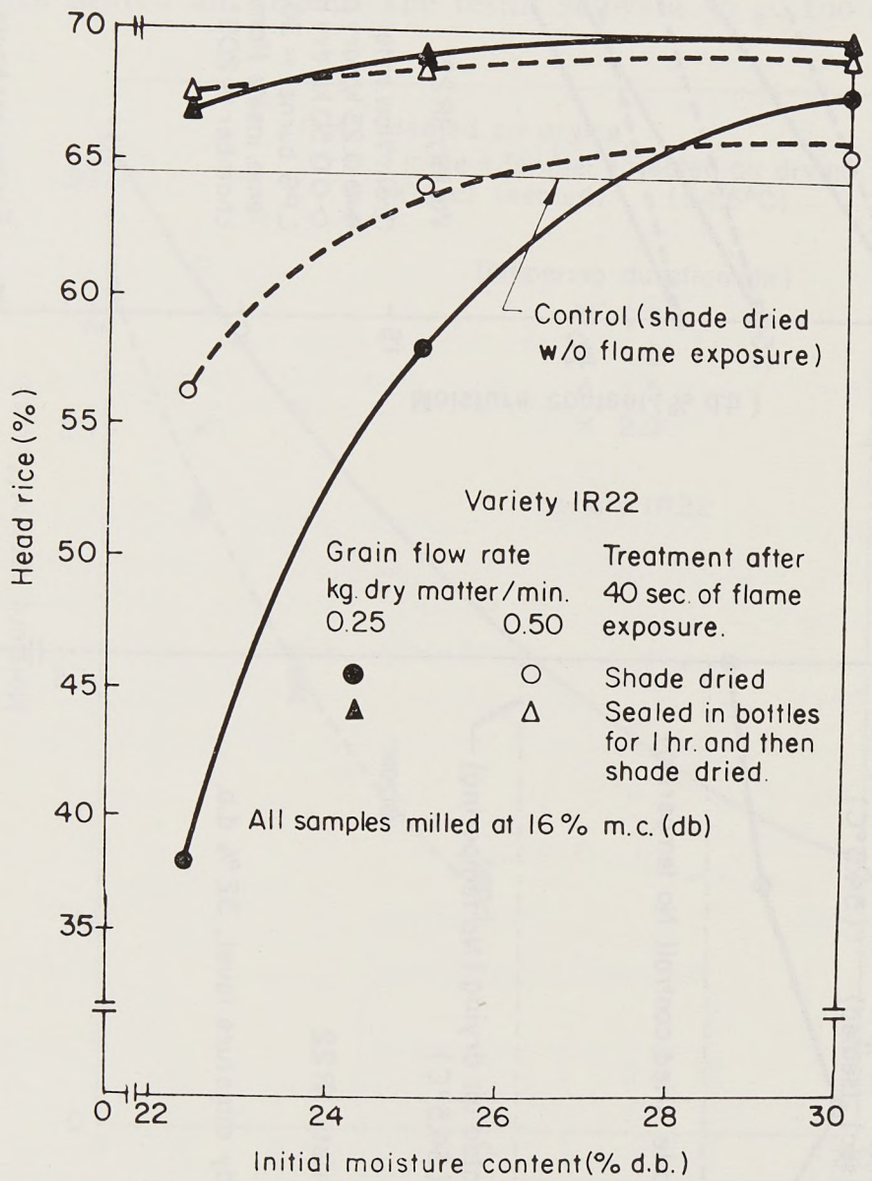


FIG. 11. — *Effect of initial paddy moisture content on head rice yield*

CONSUMER PREFERENCE TESTS

Taste preference tests were conducted to determine the effects of accelerated drying methods on the eating quality of rice. Samples of IR22 rice variety were subjected to the sand drier, direct-flame drier and an air drying method. The latter

served as a control. The tests were conducted at the Food Research Laboratory, Home Technology Dept., College of Agriculture of the University of the Philippines. The samples were cooked and served to the testers with the rice still hot, and also when it had cooled to room temperature.

The tests were conducted with both a consumer preference panel and a laboratory test panel (OÑATE and DEL MUNDO, 1966). The consumer preference panel (50 persons) were asked to rank the cooked rice samples according to their preference. Preference rankings were determined by using FRIEDMAN'S two-six way non-parametric analysis of variance. The laboratory taste panel was asked to differentiate the samples in terms of odor, flavor, tenderness and cohesiveness. A group of six judges were selected for their experience in recognizing significant differences among samples. An F-test was used to evaluate differences among samples.

TABLE 3

Preference scores for heated-sand and the direct-flame dried rice, served hot (1)

Taster	Rank			Taster	Rank		
	Sand	Flame	Control		Sand	Flame	Control
1	1	3	2	27	3	2	1
2	3	1	2	28	1	3	2
3	2	1	3	29	2	3	1
4	1	3	2	30	2	3	1
5	2	1	3	31	1	2	3
6	3	2	1	32	3	1	2
7	3	2	1	33	3	2	1
8	2	3	1	34	3	2	1
9	2	3	1	35	2	1	3
10	1	3	2	36	2	3	1
11	1	2	3	37	2	1	3
12	2	3	1	38	3	2	1
13	2	1	3	39	1	2	3
14	1	2	3	40	3	1	2
15	1	3	2	41	2	3	1
16	3	1	2	42	3	2	1
17	1	2	3	43	2.5 (2)	2.5 (2)	1
18	1	2	3	44	2	3	1
19	3	2	1	45	2	1	3
20	2	3	1	46	2	3	1
21	1	2	3	47	2	1	3
22	2	3	1	48	1	3	2
23	2	1	3	49	3	2	1
24	2	3	1	50	2.5 (2)	2.5 (2)	1
25	2	3	1				
26	2.5 (2)	2.5 (2)	1	R_j*	101.50	102.50	96

(1) Rank 1 indicates maximum preference.
(2) Sample obtained equal score.
R_j* : Summation of ranking.

The results of the test showed that the consumer preference panel failed to detect any differences in taste between the heated-sand, the flame-dried and the control samples used in the test when served either hot or cold (tabl. 3 and 4). The

TABLE 4

Preference scores for heated-sand and the direct-flame dried rice, served cold (1)

Taster	Rank			Taster	Rank		
	Sand	Flame	Control		Sand	Flame	Control
1	2.5 (2)	2.5 (2)	1	24	1	3	2
2	3	1	2	25	2	1	3
3	3	2	1	26	3	2	1
4	1	3	2	27	1	3	2
5	3	2	1	28	2	1	3
6	2	3	1	29	1	3	2
7	3	2	1	30	3	1	2
8	1	2	3	31	3	1	2
9	1	3	2	32	2	1	3
10	2	1	3	33	3	2	1
11	1	3	2	34	2	1	3
12	1	3	2	35	1	2	3
13	2	3	1	36	2	1	3
14	3	1.5 (2)	1.5 (2)	37	3	2	1
15	1	2	3	38	3	2	1
16	3	2	1	39	1	2	3
17	2	1	3	40	3	2	1
18	2.5 (2)	2.5 (2)	1	41	3	1	2
19	1	3	2	42	1	2	3
20	2	1	3	43	1	2	3
21	2	1	3	44	2	3	1
22	1	2	3				
23	2.5 (2)	2.5 (2)	1	R_j	88.5	89	86.5

(1) Rank 1 indicates maximum preference.
(2) Samples obtained equal scores.
R_j* : Summation of ranking.

laboratory taste panel, however, detected differences in aroma and color when the samples were served hot (tabl. 5). The treated rice was found to be stronger in aroma and was creamier than the control. When served cold, the judges were able to detect differences in cohesiveness and glossiness in addition to aroma and color. The treated samples were less sticky and more glossy than the control.

TABLE 5

Eating quality mean score for the heated-sand and the direct-flame dried rice as evaluated by a laboratory taste panel

Characteristics (1)	Sample served hot			Statistical difference (1)	Sample served cold			Statistical difference (2)
	Sand	Flame	Control		Sand	Flame	Control	
Aroma	7.0	7.0	6.0	**	6.0	6.0	5.8	*
Off aroma ...	1.0	1.0	1.0	NS	1.0	1.0	1.0	NS
Flavor	1.0	1.0	1.0	NS	1.0	1.0	1.0	NS
Tenderness ...	3.3	3.3	3.5	NS	3.3	3.5	4.3	NS
Cohesiveness...	2.3	1.7	2.4	NS	2.7	2.2	3.3	**
Color	2.7	2.5	1.3	*	2.7	2.6	1.0	**
Gloss	3.3	3.3	3.0	NS	3.1	3.1	2.7	**

(1) Quality rating scale :

I Aroma	II Off aroma	III Flavor	IV Off flavor	V Tenderness	VI Cohesiveness	VII Color	VIII Gloss
9 Very strong	9 Very strong	9 Very full	9 Very strong	9 Very tender	9 Pasty	9 Brown	9 Very glossy
7 Strong	7 Strong	7 Full	7 Strong	7 Tender	7 Very sticky	7 Light brown	7 Glossy
5 Moderately strong	5 Moderately strong	5 Moderately full	5 Moderately strong	5 Moderately tender	5 Moderately sticky	5 Gray yellow	5 Moderately glossy
3 Weak	3 Perceptible	3 Perceptible	3 Perceptible	3 Partially tough	3 Partially sticky	3 Cream	3 Dull
1 Very weak	1 None	1 Very weak	1 None	1 Very tough	1 Well separated	1 White	1 Very dull

(2) NS : not significant.
* : significant.
** : highly significant.

CONCLUSION

The use of heated-sand and a direct flame as heat conduction media accelerated drying of high moisture paddy. The process produced a parboiling effect by gelatinizing starch granules within the grain and cementing cracks or fissures resulting in improved milling yields.

Exposing wet paddy for 15-30 seconds to sand heated to 150-180°C produced

the most desirable milled rice qualities in appearance and translucency. The average moisture reduction was 20.79 percentage points when using presoaked paddy. Sand-treated paddy requires three to six times longer in the mill to remove the same amount of bran as the control. The process, however, did not eliminate all the white bellies even when the paddy was pre-soaked and exposure time extended to 40 seconds.

The combination of direct flame and heated air drying resulted in a 50 percent saving in total drying time when compared with standard heated air drying methods. Flame treatment combined with shade drying produced the best milled rice results.

Low moisture paddy must be soaked before or sealed after exposure to either of these conduction media to ensure high head rice yields. Both machines are still under development to further improve their processes, efficiencies and capacities.

The lack of detectable differences between the treated and the control samples (from consumer preference taste tests) provides scope and potential that the processes may be introduced into countries which do not currently consume parboiled rice. The development of suitable and efficient machines for both heat conduction media and the incorporation of the process into commercial processing installations enlarges the potential for reducing losses and increasing output in the rice industry of Southeast Asia.

RÉSUMÉ

SÉCHAGE ACCÉLÉRÉ DU RIZ PADDY

Le riz paddy est généralement récolté sous les tropiques à une teneur en eau de 20 à 30 p. 100, puis ramené à 14 p. 100 afin de garantir sa bonne conservation. Pour obtenir un bon rendement en produit, à l'aide des séchoirs classiques, il est nécessaire d'effectuer un séchage lent et uniforme du riz paddy humide. Cette opération demande plusieurs passages successifs et donc un équipement important, ce qui nécessite des investissements élevés.

Le séchage avec les séchoirs classiques ne peut être accéléré du fait de l'effet néfaste que cela entraîne pour les qualités d'usinage du riz.

Afin de réduire le coût du séchage du riz paddy dans les régions tropicales, où la main-d'œuvre est bon marché et les capitaux rares, il est indispensable de mettre au point des méthodes et des équipements permettant un séchage plus rapide du riz paddy.

Cet exposé rend compte des travaux réalisés à ce sujet à l'Institut international des Recherches rizicoles, en insistant particulièrement sur le séchage accéléré du riz paddy.

On fait le point sur les méthodes et l'état d'avancement des travaux concernant les points suivants :

1° séchage par conduction du riz paddy, à l'aide de sable chauffé ;

2° séchage au contact direct d'une flamme ;

3° étude d'un séchoir de faible capacité équipé d'un fourneau utilisant la balle de riz comme combustible à l'usage des agriculteurs des régions tropicales.

ZUSAMMENFASSUNG

BESCHLEUNIGTE TROCKNUNG VON UNGESCHALTEM REIS

Ungeschälter Reis wird in Tropenländern gewöhnlich mit einem Wassergehalt von 20 bis 30 p. 100 geerntet und dann, bis auf 14 p. 100 getrocknet, um eine gute Lagerung zu gewährleisten. Um eine gute Reisqualität zu erhalten, muss das feuchte Gut langsam und regelmässig und mit

grosser Vorsicht getrocknet werden. Der langsame Trocknungsprozess benötigt mehrere Durchläufe, also eine umfangreiche Ausrüstung mit hohem Kapitalaufwand. Die Trocknung in gewöhnlichen Anlagen kann nicht beschleunigt werden, da die Vermahlungsqualität darunter leiden würde. Um die Trocknungskosten von ungeschältem Reis in den Tropenländern zu verringern, wo Arbeitskräfte billig und Geldmittel begrenzt sind, ist es wichtig Schnelltrocknungsanlagen für ungeschälten Reis zu entwickeln.

Dieser Beitrag berichtet über die auf diesem Gebiet bisher erzielten Ergebnisse im Internationalen Institut für Reisforschung. Es werden folgende Punkte erläutert :

1° Trocknung durch Wärmeübertragung mit heissem Sand ;

2° Trocknung mit offener Flamme ;

3° Entwicklung eines Trockners kleinen Umfanges, der die Reishülsen als Brennstoff benutzt und für Landwirte der Tropenländer bestimmt ist.

REFERENCES

Chancellor W. J., 1968. A simple grain drier using conducted heat. *Transactions of the ASAE. Gen. Ed.*, **11** (6), 857-862.

Jones J. W., 1946. *Effect of parboiling and related treatments on the milling, nutritional and cooking quality of rice.* USDA Circ., 752.

Oñate L. U., Del Mundo A. M., 1966. Consumer and laboratory panel evaluation of seed board rice varieties. *Philipp. Agric.*, (50), 301-309.

Sethi R. L., Sethi B. L., Mekta T. R., Gupta P. S., 1937. Observations on the milling of rice in the United Provinces. *Indian J. agric. Sci.*, (7), 713-732.

Wratten F. T., Faulkner M. D., 1968. A new system for rice drying. *IRC Newsletter.*, **17** (1), 14-26.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (3), 275-290.

OPTIMUM GRAIN DRYER DESIGN THROUGH SIMULATION

F. W. BAKKER-ARKEMA, D. M. FARMER* and L. E. LEREW**

Michigan State University; East Lansing, Mich. (U. S. A.)

* *Environmental Protection Agency; Ada, Oklahoma (U. S. A.)*

** *Department of Food Science and Industries, University of Minnesota; St. Paul, Minn. (U. S. A.)*

SUMMARY

The optimum design of two continuous flow grain dryers of the concurrent and crossflow type is considered. Mathematical simulation models of both dryers were formulated, solved on a CDC 6500 digital computer, and tested with corn and beans.

The concurrent flow dryer consists of a concurrent flow drying bed and a counter-current cooling section. The inlet air temperature is very high (up to 500°F) compared to conventional grain dryers. The crossflow dryer is unique because of its airflow mixing design. The cooling air in this dryer is mixed with part of the drying air before the mixture is heated to the required inlet air temperature. Both dryers have exceptionally high energy utilization factors.

Different optimization techniques are employed for the two dryer types. Dynamic programming is applied to the concurrent flow model while search methods are used for the crossflow dryer. The objective function of both dryers contains grain quality terms as well as fixed and operating costs. A sensitivity study of the penalty costs for overdrying and overheating of the grain is included.

The results of the study are given in terms of the optimum design parameters subject to a particular objective function. For instance, in the case of the concurrent flow dryer, drying corn from 25 to 20 p. 100 moisture, the following optimal conditions were obtained : inlet air temperature 469 °F, air flow rate 608 lb/hr ft², bed depth 2.6 ft, grain flow rate 9.0 bu/hr ft².

I. — INTRODUCTION

Wet harvested grain has to be dried before storage unless it is ensiled or treated with chemicals. Various grain drying systems are used around the world : sun drying in thin layers, batch drying, layer dryer and continuous-flow drying. Many varia-

tions on the basic designs are found. The reader is referred to the books by HALL (1957) and BROOKER *et al.* (1973) for extensive information on grain dryers.

This paper is concerned with the optimum design of two types of continuous flow grain dryers. The designs take into account drying capacity, operating costs, grain quality and drying efficiency. The mathematical optimization techniques applied in this paper are applicable to other drying systems.

The design of most of the grain dryers on the market today is based on a limited number of trial and error experiments. Little or no use has as yet been made of simulation techniques. Initial cost and capacity are the main criteria on which dryers are sold. Important factors such as operating cost, grain quality and drying efficiency are still frequently overlooked.

The capacity and drying efficiency of a grain dryer have never been precisely defined. To compare grain dryers objectively and rate them without bias, the following test parameters have to be equalized : initial and final grain moisture contents, initial grain temperature, ambient air conditions and, finally, grain species, variety and quality. Universally acceptable test criteria have not as yet been established for grain dryers, and thus, claims by manufacturers for drying capacities and efficiencies of their equipment have to be looked at with suspicion.

The determination of the operating costs and the effect on grain quality of grain dryers is rather straight forward. Operating costs include the gas and/or electrical energy required for increasing the air temperature above ambient and for moving the air and the grain through the dryer. Grain quality deterioration during the drying process is established by measuring germination, breakage, stress cracks and millability before and after drying.

2. — EXPERIMENTAL

Two continuous flow grain dryers were investigated : (I) a modified crossflow type and (II) a concurrent model with counterflow cooler. A number of test runs were conducted with both dryers.

Figure 1 is a block diagram of the modified crossflow dryer. The test model consisted of three sections. In all sections, the air flowed perpendicular to the free-falling grain. The airflow direction in the first section was opposite to that in the second and third sections. Drying took place in the first two sections ; the grain was cooled with ambient air in the bottom section. The grain column thickness of the experimental unit was 0.75-1.0 ft., the height of each of the sections 4.0-6.5 ft. Outlet air from the first section was directly exhausted to the atmosphere. The two air-streams coming from the second drying section and the cooling section were mixed before being heated to 180-220°F. From the heater, the warm air was blown to the first and second drying stages. The ratio of the amount of air reaching the first and second sections of the dryer could be changed. A dryer of the design pictured in figure 1 is manufactured by the Hart-Carter Company, Minneapolis, Minnesota, USA.

Figure 2 is a schematic of the concurrent flow dryer with counterflow cooler. In the test model, 450-550°F air was introduced at the top of the dryer and flowed in

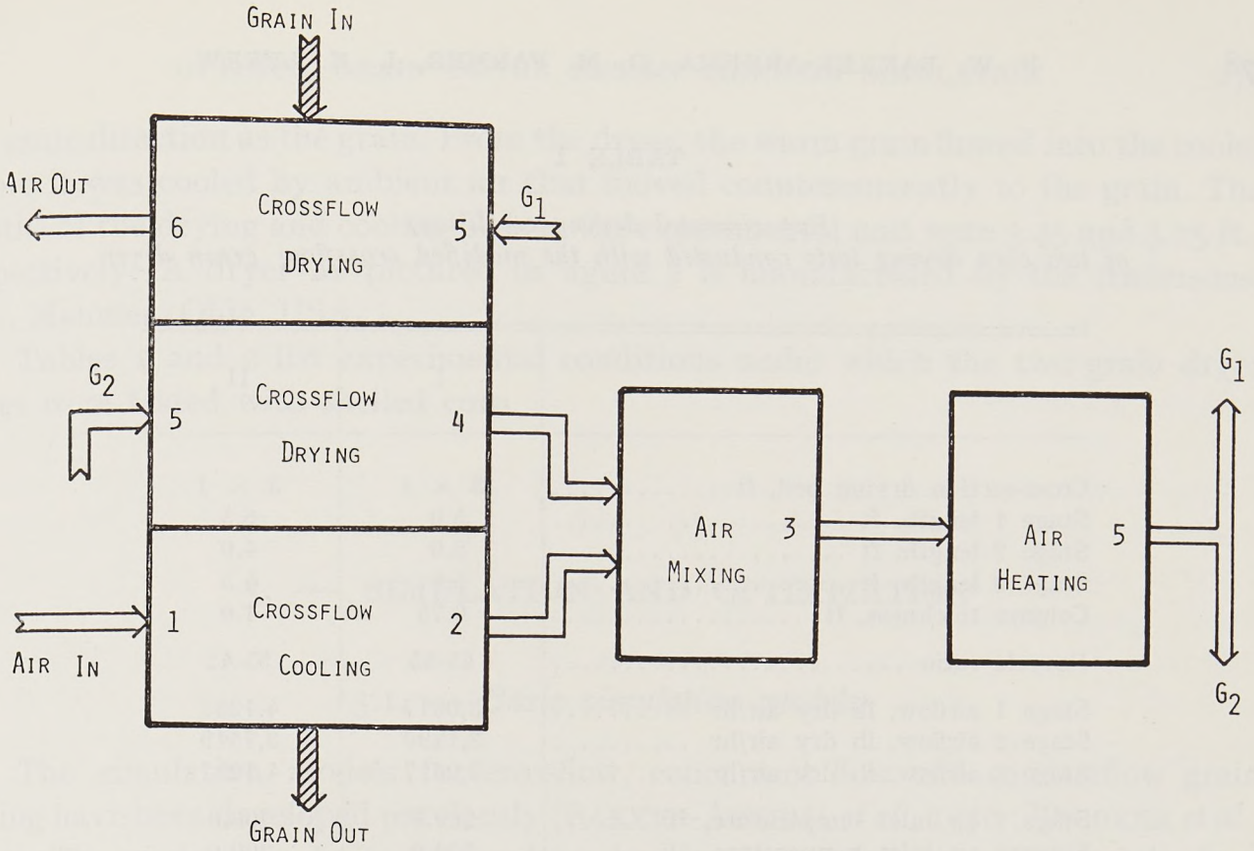


FIG. 1. — *Block diagram of the modified crossflow grain dryer*

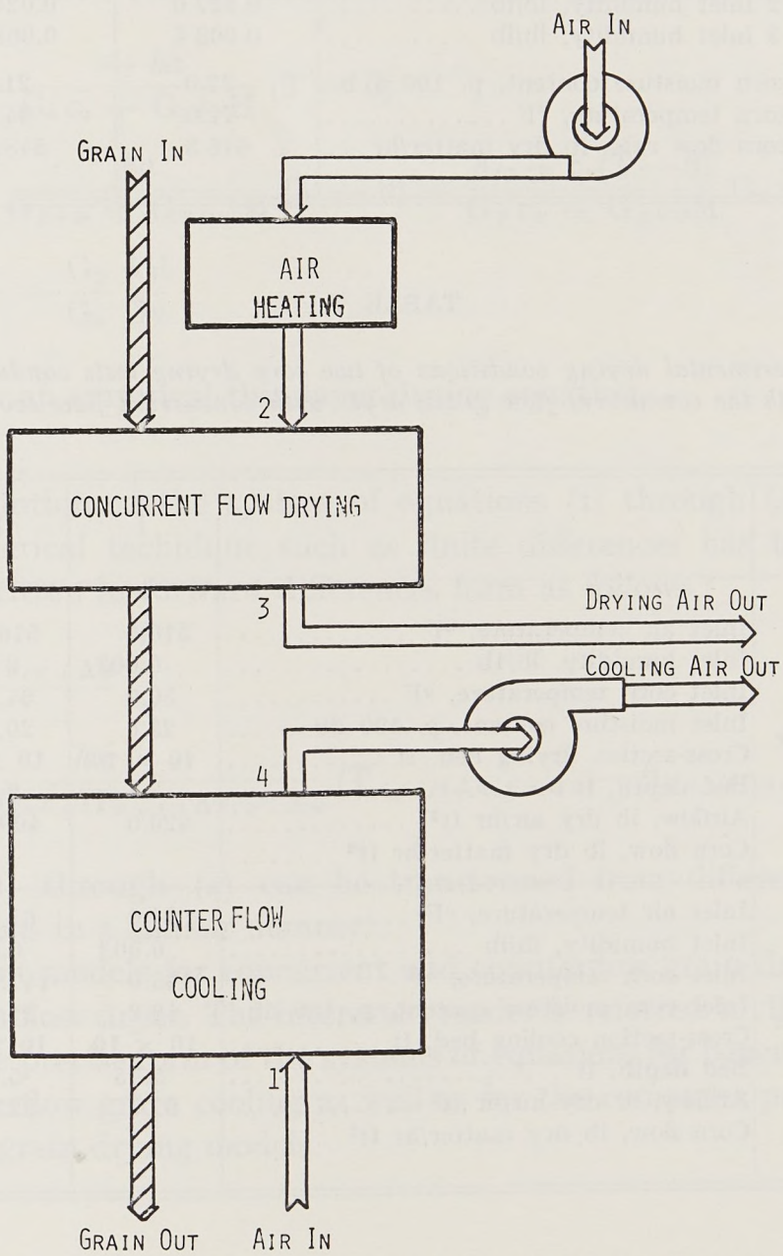


FIG. 2. — *Block diagram of the concurrent flow grain dryer with counterflow cooler*

TABLE I

Experimental drying conditions of two corn drying tests conducted with the modified crossflow grain dryer

	I	II
Cross-section drying bed, ft	3 × 1	3 × 1
Stage 1 length, ft	5.0	6.5
Stage 2 length, ft	5.0	4.0
Stage 3 length, ft	5.0	4.5
Column thickness, ft	0.75	1.0
Recycle ratio	45-55	55-45
Stage 1 airflow, lb dry air/hr	3,0617	4,1237
Stage 2 airflow, lb dry air/hr	3,1290	3,7519
Stage 3 airflow, lb dry air/hr	3,0617	4,1237
Stage 1 air inlet temperature, °F	200.0	200.0
Stage 2 air inlet temperature, °F	200.0	200.0
Stage 3 air inlet temperature, °F	83.0	78.0
Stage 1 inlet humidity, lb/lb	0.027 0	0.024 0
Stage 2 inlet humidity, lb/lb	0.027 0	0.024 0
Stage 3 inlet humidity, lb/lb	0.008 6	0.008 6
Inlet corn moisture content, p. 100 d. b.	22.0	21.5
Inlet corn temperature, °F	72.0	94.0
Inlet corn flow rate, lb dry matter/hr	616.3	548.9

TABLE 2

Experimental drying conditions of two corn drying tests conducted with the concurrent flow grain dryer with concurrent flow cooler

		I	II
Dryer	Inlet air temperature, °F	510.0	510.0
	Inlet humidity, lb/1b	0.003	0 003
	Inlet corn temperature, °F	50.0	64.0
	Inlet moisture content, p. 100 db	23.0	29.8
	Cross-section drying bed, ft	10 × 10	10 × 10
	Bed depth, ft	3.5	3.5
	Airflow, lb dry air/hr ft²	420.0	400.0
	Corn flow, lb dry matter/hr ft²		
Cooler	Inlet air temperature, °F	52.0	61.0
	Inlet humidity, lb/lb	0.003	0.0086
	Inlet corn temperature, °F	145.0	147.0
	Inlet corn moisture content, p. 100 db	19.2	22.6
	Cross-section cooling bed, ft	10 × 10	10 × 10
	Bed depth, ft	5.75	5.75
	Airflow, lb dry air/hr ft²	92.0	92.0
	Corn flow, lb dry matter/hr ft²		

the same direction as the grain. From the dryer, the warm grain flowed into the cooler where it was cooled by ambient air that moved countercurrently to the grain. The depths of the drying and cooling beds in the experimental unit were 3.45 and 5.75 ft., respectively. A dryer as pictured in figure 2 is manufactured by the Andersons, Inc., Maumee, Ohio, USA.

Tables 1 and 2 list experimental conditions under which the two grain dryer types were tested with shelled corn.

3. — SIMULATION AND OPTIMIZATION

3.1. — *Basic simulation models*

The simulation models for crossflow, concurrent flow and counterflow grain drying have been developed previously (BAKKER-ARKEMA *et al.*, 1970 ; BROOKER *et al.*, 1973). The models are derived by writing heat and mass balances. This results in a number of differential equations which can be solved simultaneously by numerical techniques. For instance, for the crossflow dryer the simulation model is :

$$\frac{\delta T}{\delta x} = \frac{-ha}{G_a c_a + G_a c_v H} (T - \theta) \tag{1}$$

$$\frac{\delta \theta}{\delta y} = \frac{ha}{G_p c_p + G_p c_w M} (T - \theta) + \frac{h_{fg} + c_v(T - \theta)}{G_p c_p + G_p c_w M} G_a \frac{\delta H}{\delta x} \tag{2}$$

$$\frac{\delta H}{\delta x} = -\frac{G_p}{G_a} \frac{\delta M}{\delta y} \tag{3}$$

$$\frac{\delta M}{\delta t} = \text{an empirical thin layer drying equation.} \tag{4}$$

Analytical solution of the system of equations (1) through (4) is impossible. Therefore, a numerical technique such as finite differences has to be employed. Equation (1) is written in forward differences form as follows :

$$\frac{T_{x+\Delta x, y+\Delta y} - T_{x, y+\Delta y}}{\Delta x} = -\frac{ha}{G_a c_a + G_a c_v H_{x+1/2\,\Delta x, y+\Delta y}} (T_{x+1/2\,\Delta x, y+\Delta y} - \theta_{x+1/2\,\Delta x, y+\Delta y}). \tag{5}$$

Equations (2) through (4) can be transformed from differential into finite differences equations in a similar manner.

The simulation models for concurrent and counterflow grain drying are similar to that of the crossflow dryer. The interested reader is referred to BAKKER-ARKEMA *et al.* (1973) for the precise form of the systems of equations for concurrent flow grain drying and counterflow grain cooling as well as for the computer programs of each of the three basic grain drying models.

3. 2. — *Dryer simulation models*

3. 21. *Modified crossflow dryer.*

The two grain dryers studied in this investigation are schematically drawn in figures 1 and 2. Each can be simulated by proper combination of the basic drying simulation models.

The modified crossflow dryer is built up from three crossflow sections and thus the simulation model can be visualized as consisting of three separate crossflow programs, one for each section. The outlet grain conditions from one stage are used as the inlet conditions for the following stage. The inlet air humidities to the first and second stage depend upon the outlet humidities from the second and third sections and upon the water of combustion from the fuel in the heater. To obtain a value for the inlet humidity of the first two stages, an arbitrary value is assumed so that the average outlet humidities of each section can be modeled. A new and better estimate of the inlet humidity of the first stage can then be found. Successive iterations on this scheme converge rapidly to the solution where the estimated humidities are equal to the computed values.

Solution of the three crossflow models representing the modified dryer is very rapid (on the order of one second on a CDC 6400).

3. 22. *Concurrent flow dryer with counterflow cooler.*

Proper combination of the concurrent flow and counterflow drying models results in the simulation model for the concurrent flow dryer with counterflow cooler. The grain outlet conditions of the concurrent flow dryer become the inlet conditions to counterflow cooler.

Due to the nature of the boundary conditions, simulation of the concurrent section is very fast (on the order of one second on a CDC 6400), but the countercurrent model is slow (on the order of 10 minutes). Since each component is simulated many times in the dynamic programming optimization technique, applied in this study, it was imperative to speed up the solution of counterflow model. This was accomplished by generating data with the theoretical model, and using these results in the development of a purely empirical model consisting of a number of algebraic equations (BAKKER-ARKEMA *et al.*, 1973).

3. 3. — *Optimization*

To optimize the drying of wet harvested grains, a number of criteria can be considered : fixed costs, operating costs, quality and/or drying efficiency. Each of these factors can be assigned a certain (subjectively chosen) value of importance in a performance or cost function. Thus, for a grain dryer capable of decreasing the moisture content of a given amount of grain a certain number of points under set ambient conditions, the cost function to the minimized can be written as :

$$F = c_1 \text{ (fixed cost factors)} + c_2 \text{ (fan energy)} + c_3 \text{ (heat energy)} + c_4 \text{ (quality factors)}. \quad (6)$$

The values for the constants c_1, c_2, c_3 and c_4 have to be determined from eco-

nomic data. THOMPSON (1966), BLOOM (1970) and FARMER (1972) have published data on this subject for grain dryers.

The classical method of locating the extreme of a function of the form of equation (6) is by differentiating the function with respect to the design variables and setting the derivatives equal to zero. The practical use of this method is limited to objective functions which can be manipulated. The tabular and discontinuous nature of equation (6) prevents the use of calculus and thus search methods have to be applied to optimize the function.

The optimization of grain dryer design is classified as a multivariable search problem because a number of parameters (airflow, air temperature, product flow, bed depth) are involved. Direct search techniques or steepest descent methods can often be applied successfully (KOWALIK and OSBORNE, 1968). THOMPSON (1966) and BAKKER-ARKEMA (1972) employed multivariable search for optimizing concurrent flow and batch type grain dryers, respectively.

Many industrial processes consist of a sequence of operations. BELLMAN (1957) developed dynamic programming as an optimization technique especially for problems characterized by multi-stage decision systems. The two grain dryers described in this paper fall into the category of multi-stage processes.

Unlike linear programming, there exists no standard algorithm for dynamic programming. Instead, dynamic programming is essentially a philosophy which allows the engineer to structure a design problem into a form amenable to solution. A large number of evaluations of the systems equations is necessary for dynamic programming. Therefore, it is imperative that the models of each stage can be solved rapidly by a computer. For a specific explanation of the technique of dynamic programming, the reader is referred to BELLMAN and KALABA (1965). FARMER *et al.* (1972) have described the use of dynamic programming as an optimization technique for the design of multistage grain dryers.

4. — RESULTS AND DISCUSSION

4. 1. — *Modified crossflow dryer*

Table 3 gives the experimental and simulated results of two representative drying tests. The agreement between the measured and theoretical humidities, moisture contents and the air temperatures is good, except for the air temperatures in the second and third stages of the dryer. The explanation may be that the simulated outlet air temperatures are computed assuming perfect mixing ; this condition may not have been obtained in the experimental dryer.

The drying process of test I is represented on a skeleton psychrometric chart in figure 3. It is interesting to note that the average absolute humidity of the air coming out of the second section is higher than the air that has been blown through the wetter grain in the first section. Because the airflow rate in the second section is also higher than in the first part of the dryer, more moisture is removed in the second dryer section than in the first part of the dryer.

The maximum moisture content gradient across the drying column occurs at the end of the first section of the dryer. In the case of test I, this value is 5.3 p. 100.

TABLE 3

Experimental and simulated results of two drying tests conducted with the modified crossflow dryer

	Experimental		Simulated	
	I	II	I	II
Outlet grain MC, p. 100 d. b.	15.5	13.5	16.2	14.7
Outlet grain temperature, °F	84.0	89.0	83.0	86.3
Stage 1 outlet air temperature, °F	100.0	103.0	98.4	118.1
Stage 2 outlet air temperature, °F	152.0	158.0	172.9	178.8
Stage 3 outlet air temperature, °F	125.0	120.0	117.8	112.3
Stage 1 outlet humidity, lb/lb	—	—	0.034	0.035
Stage 2 outlet humidity, lb/lb	0.038	0.037	0.037	0.032
Stage 3 outlet humidity, lb/lb	0.019	0.017	0.010	0.012

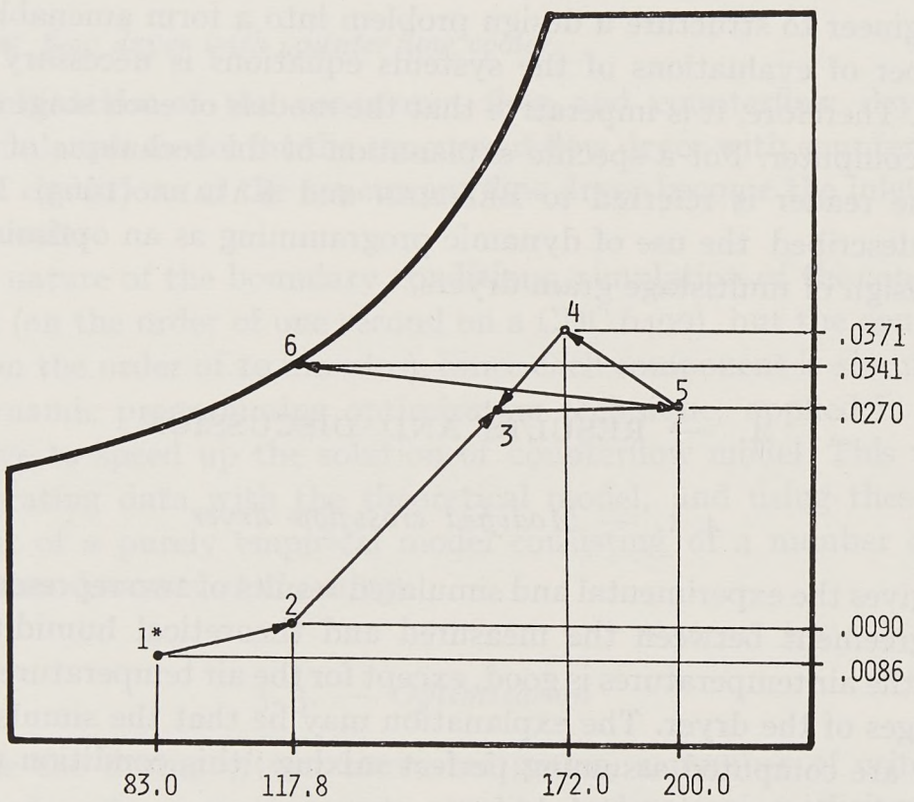


FIG. 3. — *Representation of the modified crossflow grain drying process on the psychrometric chart*

* See figure 1 for explanation of numbers

The moisture gradient at the bottom of the cooling section at the outlet of the dryer for test I is only 1.9 p. 100. This figure is significantly lower than for conventional crossflow grain dryers.

The grain temperatures at the air inlet side of a conventional crossflow dryer approach the inlet air dry bulb temperature. This is also the case for the modified

crossflow design. The advantage of the modified crossflow dryer over the conventional crossflow design is that the high product temperatures are maintained for a much shorter time.

4. 2. — *Sensitivity analysis*

Once the simulation model of a grain dryer has been developed, a sensitivity investigation can be made (by varying different input parameters to the model) as a first step towards optimization of the dryer design. This will be illustrated with the modified crossflow dryer.

Three main parameters were investigated in the sensitivity analysis of the modified crossflow dryer : (1) section length, (2) grain column thickness and (3) drying air distribution.

In each simulation run, one input parameter of the standard (test I of table 1) was changed. In addition, a conventional crossflow dryer with only one drying stage and no air re-use was simulated. Table 4 lists the airflow, section length and column thickness in the simulations. The average moisture contents across the grain columns at each of the different depths within the dryer are tabulated in table 5 for the eight simulated dryer. The energy requirements to evaporate one pound of water in the dryers are given in table 6.

TABLE 4

Input conditions for the simulated modified crossflow grain dryers

Code	Air distribution	Section lengths	Column thickness
Standard (test I) .	45 : 55	5.0- 5.0-5.0	0.75
A	45 : 55	4.0- 6.5-4.5	0.75
B.....	45 : 55	6.5- 4.0-4.5	0.75
C	45 : 55	5.0- 5.0-5.0	1.00
D	50 : 50	5.0- 5.0-5.0	0.75
E	40 : 60	5.0- 5.0-5.0	0.75
F.....	60 : 40	5.0- 5.0-5.0	0.75
G (conventional) ..		0.0-10.0-5.0	0.75

Changing the lengths of the first and second sections (while keeping the total length the same) did not affect the total drying capacity of the dryer.

Increasing the thickness of the grain column in a conventional crossflow dryer resulted in a larger moisture content differential across the column. The modified crossflow dryer exhibited the same trend : the maximum moisture differential increased by less than one percent when the column thickness was enlarged from 0.75 to 1.0 ft.

The drying air distribution ratio of the standard test was 45 : 55. This means that 45 percent of the air (by weight) leaving the heater is exhausted through the first drying section and 55 percent is recycled through the second section. Changing

the air distribution ratio from 40 : 60 to 60 : 40 affected the outlet moisture content of the dryer slightly (0.5 p. 100, see table 5) while influencing the pollution characteristics considerably (outlet airmass increased by 50 percent). Increasing the amount

TABLE 5

Average corn moisture content distribution (p. 100 db) in the simulated modified crossflow grain dryers (1)

Depth, ft	Standard	A	B	C	D	E	F	G
0	22.0	22.0	22.0	22.0	22.0	22.0	22.0	22.0
2	21.8	21.9	21.6	21.2	21.8	21.8	21.6	21.2
4	20.4	20.6	20.4	19.3	20.4	20.7	20.0	19.9
6	18.6	18.6	19.1	17.2	18.6	19.1	18.3	18.2
8	17.3	17.4	17.5	15.3	17.3	17.7	16.9	16.8
10	16.3	16.3	16.3	14.7	16.3	16.6	16.1	15.7
12	16.2	16.0	16.0	14.7	16.2	16.5	16.0	15.5
15	16.2	15.9	15.9	14.7	16.1	16.4	15.9	15.7

(1) For input conditions see tabl. 1 and 4.

of air that is recycled also improved the efficiency of the dryer. In the case of the 40 : 60 and 60 : 40 models, the energy required to evaporate one pound of water was 1364 BTU for the first case and 1775 BTU for the second one.

One of the unique features of the modified crossflow design is that part of the energy

TABLE 6

Energy requirements (1) *to evaporate one pound of water from shelled corn in the simulated modified crossflow grain dryers*

Code	BTU/lb
Standard	1582
A	1329
B	1483
C	
D	1569
E	1364
F	1775
G	3017

(1) Calculated from enthalpy values before and after the heater.

which is lost to the atmosphere in conventional dryers is re-used. This constitutes significant savings in energy and reduction in pollution. The conventional model required 3017 BTU for evaporating one pound of water, the standard test model required 1582 BTU. The advantages of recycling have to be weighed against one disadvantage : the outler moisture content in the recycle models is somewhat higher than in the conventional types (compare tests A through G in table 5).

4. 3. — *Concurrent flow dryer with counterflow cooler*

Table 7 compares the experimental and simulated results of two typical test runs. The agreement between the two series of tests is acceptable. The psychrometrics of the dryer is illustrated in figure 4 for test I. It is interesting to note that in the

TABLE 7

Experimental and simulated results
of two corn drying tests conducted with the concurrent flow dryer with counterflow cooler

	Experimental		Simulated	
	I	II	I	II
Outlet corn MC, p. 100 db	17.3	19.6	17.8	20.6
Outlet corn temperature, °F ...	69.0	78.0	72.0	76.0
Outlet air temperature, °F	143.0	132.0	146.0	140.0
Outlet air humidity, lb/lb	0.090	0.100	0.092	0.105

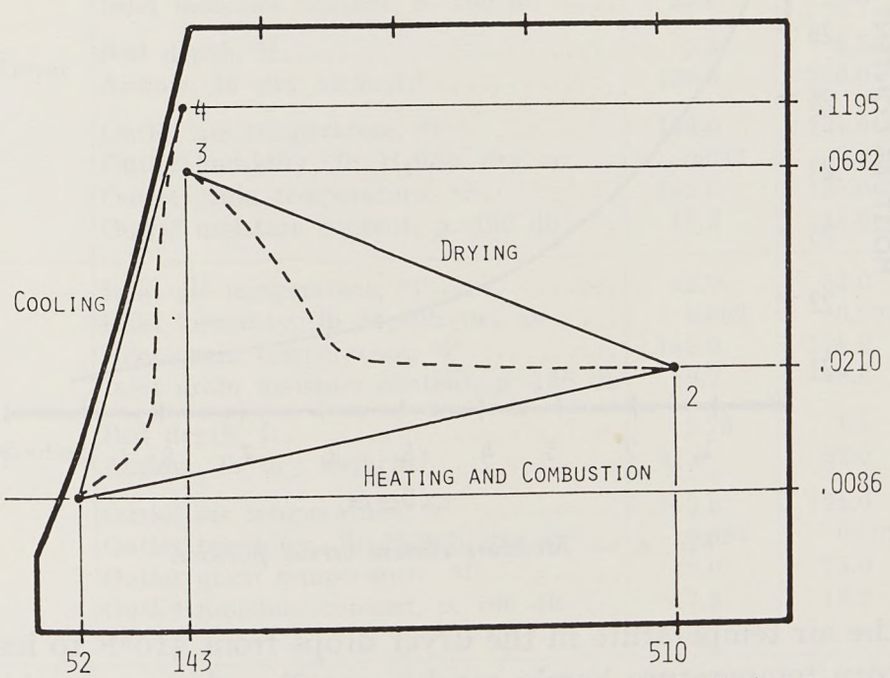


FIG. 4. — *Representation of the concurrent flow grain drying process with counterflow cooling on the psychrometric chart*

* See fig. 2 for explanation of numbers

combustion process so much water is added to the air that dew point temperature is increased to above the outside dry bulb temperature. The cross-hatched lines represent the actual change of the air conditions as it passes through the dryer and the cooler.

The moisture content and the air and product temperatures within the dryer and cooler for test I are plotted versus depth in figures 5 and 6. It should be noted

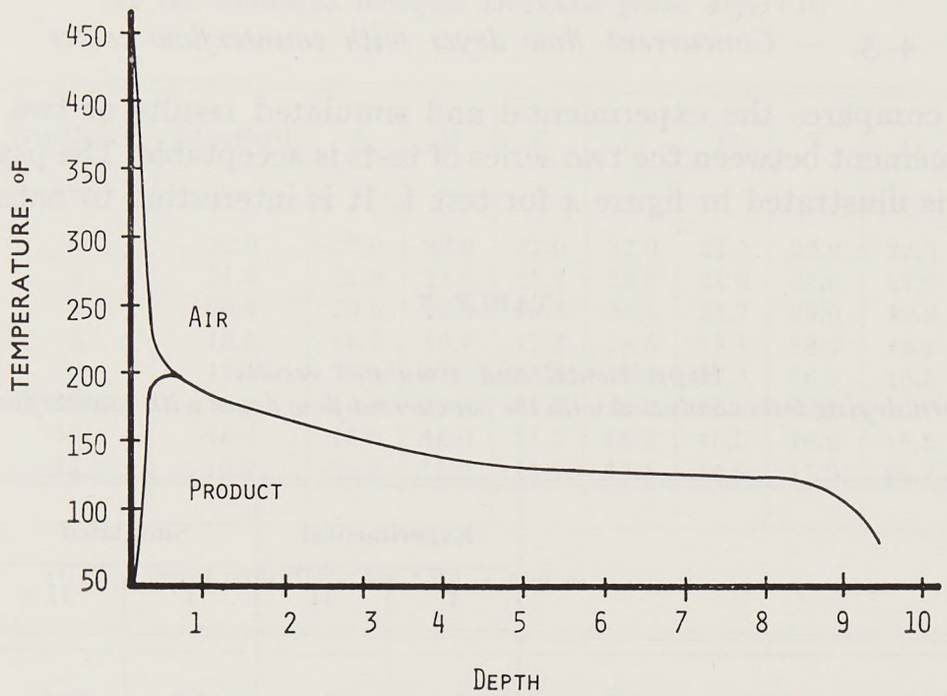


FIG. 5. — *Air and product temperatures versus position*

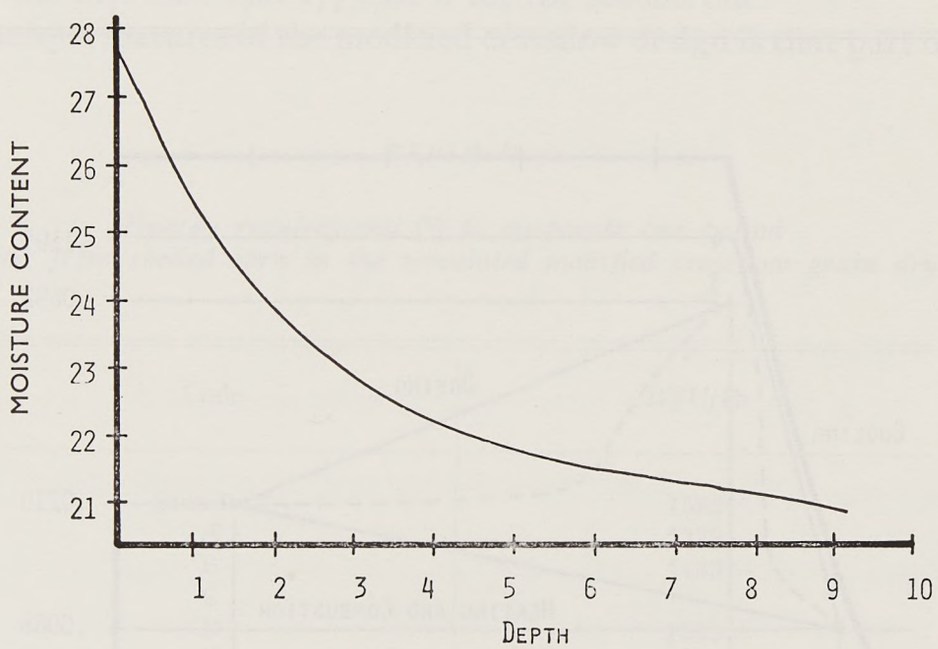


FIG. 6. — *Moisture content versus position*

how rapidly the air temperature in the dryer drops from 510°F to less than 200°F. In fact, the corn temperature barely reaches 200°F and stays at this level only a short period of time. The low grain temperatures along with the relatively high humidities (tempering) are conducive to good quality grain.

4. 4. — *Optimization*

Optimal dryer design through simulation will be illustrated by applying dynamic programming to the concurrent flow dryer with counterflow cooler model using an objective function of the form of equation (6). The commercial models of this dryer type have a capacity of about 1 000 bu/hr, removing 5 percentage points of moisture.

The commercial and the optimal designs of the dryer are compared in table 8. The bed depth of the commercial drying unit is less than half as deep as that of the optimal design. The airflow rates of the actual and optimal dryers are 420 and 340 lb of dry air per hour per square foot, respectively. The actual inlet air temperature is 510°F and the optimal is 540°F. The results indicate that it is advantageous to operate the dryer at high air temperatures and to lower the air flow rate (in order to increase the relative humidity of the outlet air). An increase in the depth of the bed is required to compensate for the lower drying rate.

The optimum cooler depth is considerably shallower than the actual design. Obviously the countercurrent cooler performs the cooling more efficiently than originally estimated by the designer.

TABLE 8

Comparison of the commercial and optimal (1) *designs of the concurrent flow grain dryer with counterflow cooler*

		Actual	Optimal
Dryer	Inlet air temperature, °F	510.0	540.0
	Inlet humidity, lb H_2O/lb dry air	0.003	0.003
	Inlet grain temperature, °F	50.0	50.0
	Inlet moisture content, p. 100 db	23.0	23.0
	Bed depth, ft	3.5	8.5
	Airflow, lb dry air/hr/ft²	420.0	340.0
	Outlet air temperature, °F	146.0	124.6
	Outlet humidity, lb H_2O/lb dry air	0.042	0.056
	Outlet grain temperature, °F	145.0	124.0
	Outlet moisture content, p. 100 db	19.2	18.9
Cooler	Inlet air temperature, °F	52.0	52.0
	Inlet humidity, lb H_2O/lb dry air	0.003	0.003
	Inlet grain temperature, °F	145.0	124.0
	Inlet grain moisture content, p. 100 db	19.2	18.9
	Bed depth, ft	5.75	1.4
	Airflow, lb dry air/hr/ft²	92.0	92.0
	Outlet air temperature, °F	143.0	121.0
	Outlet humidity, lb H_2O/lb dry air	0.094	0.009
	Outlet grain temperature, °F	69.0	75.0
	Outlet moisture content, p. 100 db	17.3	18.8

(1) Based on a 9 bushel/hr/ft² with 5.0 p. 100 moisture loss.

The optimum design of the concurrent dryer with counterflow cooler presented in this paper is based on a certain objective function, given climatic conditions and a specified drying capacity. Under different criteria, the optimization program might be expected to yield different optimal results. Thus, before deciding on a final design, several optimization trials should be conducted under the range of conditions which can be expected. Compromise design values will then be selected as the final design.

5. — SYMBOLS

a : specific product surface area, ft^2/ft^3
c_a : specific heat of dry air, BTU/lb F
c_p : specific heat of dry grain, BTU/lb F
c_v : specific heat of water vapor, BTU/lb F
c_w : specific heat of liquid water, BTU/lb F
h : convective heat transfer coefficient, BTU/hr ft^2 F
h_{fg} : heat of vaporization, BTU/lb
t : time, hrs
x : bed-depth coordinate, ft
y : bed-width coordinate, ft
G_a : dry air flow rate, lb/hr
G_p : dry product flow rate, lb/hr
H : humidity ratio, lb/lb
M : moisture content, dry basis (decimal)
T : air temperature, F
θ : product temperature, F

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors thank S. F. DeBoer, M. G. Roth and R. C. Brook for their many contributions in the development of the Michigan State University grain drying models. Appreciation is expressed to the Andersons, Inc., Maumee, Ohio and to the Hart-Carter Company, Minneapolis, Minnesota for providing test data of their grain dryers.

RÉSUMÉ

RECHERCHE PAR SIMULATION PROGRAMMÉE DE L'OPTIMUM DE DIVERS PARAMÈTRES CONCERNANT LE SÉCHAGE DES GRAINS

On recherche l'optimum des paramètres de deux séchoirs continus, du type co-courant et du type à flux croisés. Des modèles simulés mathématiquement ont été programmés pour ces deux séchoirs et passés sur ordinateur CDC 6500, puis testés avec du maïs et des fèves.

Le séchoir à flux co-courant comprend une section à lit fixe et flux parallèles et une section de refroidissement à contre-courant. La température de l'air introduit est très élevée (plus de 500°F = 260°C) par rapport à celle utilisée dans les séchoirs conventionnels. Le séchoir à flux

croisés est unique en son genre du fait du mélange des flux d'air : l'air refroidissant est ici mélangé avec une partie de l'air séchant avant que le mélange ne soit chauffé à la température requise pour le flux entrant.

Les deux séchoirs ont tous deux des facteurs d'utilisation d'énergie exceptionnellement élevés.

Différentes techniques d'optimisation sont employées pour les deux types de séchoirs. Une programmation dynamique est appliquée en modèle co-courant tandis que pour le type à flux croisés on utilise des méthodes de recherche d'optimum. La fonction objectif comporte des termes concernant la qualité du grain aussi bien que des termes se rapportant aux coûts fixe et variable. On a également étudié l'évolution des coûts en fonction d'un séchage et d'un chauffage de plus en plus poussé des grains.

Les résultats de cette étude sont donnés en termes de paramètres optimaux par rapport à une fonction objectif donnée. Par exemple, dans le cas du séchoir co-courant utilisé pour ramener un maïs de 25 à 20 p. 100 de teneur en eau, les conditions optimales suivantes ont été obtenues :

— température de l'air entrant : 469°F (243°C) ;
— débit d'air : 608 lb/hr ft² (2 965 kg/h/m²) ;
— épaisseur du lit : 2,6 ft (0,79 m) ;
— débit de grain : 9,0 bu/hr ft² (3 521,2 l/h/m²).

ZUSAMMENFASSUNG

OPTIMALE BAUPLANUNG VON GETREIDETROCKNERN DURCH « SIMULATION »

Die optimale Bauplanung für zwei kontinuierliche Luftstromgetreidetrockner wom Typ « concurrent » und « crossflow » wird beschrieben. Für beide Trockner wurden mathematische Simulations modelle formuliert, von einem Digital Computer CDC 6500 bearbeitet und schliesslich wurden die Apparate mit Mais und Bohnen getestet.

Der « Concurrent flow » Trockner besteht aus einem Parallel-Luftstrom Trockenbett und einer Gegenstromkühlabteilung. Die Temperatur der zugeführten Luft ist im Vergleich zu den üblichen Getreidetrocknern sehr hoch (bis zu 500°F = 260°C). Der « crossflow » Trockner ist durch pie Planung der Luftstrommischung einzigartig. In diesem Trockner wird die Kühlluft mit Teilen der Trocknenden Luft vermischt bevor die Mischung aud die erforderliche Temperatur für den Eintritt geheizt wird. Beide Trockner haben ungewöhnlich hohe Energieverbrauchsfaktoren.

Verschiedene Optimisationstechniken wurden für die zwei Typen von Getreidetrocknern angewandt. Dynamische Programmierung wird für das « concurrent flow » Modell und die Optimal-Forschungsmethode für den « crossflow » Trockner angewandt. Die objektive Funktion von beiden Trocknern betrifft sowohl Qualitätsfaktoren des Korns, wie auch feste und variabele Kosten. Die Kosten einer Uberhitzung und Ubertrocknung der Körner wurden berechnet. Die Resultate dieser Studie werden in Form von optimalen Parametern in Bezug auf eine gegebene objektive Funktion dargestellt. So wurden z. B. für den « concurrent flow » Trockner, um Mais von 25 auf 20 p. 100 Wasser zu trocknen folgende optimale Bedingungen erhalten.

— Temperatur der Luft beim Eintritt 469°F (243°C),
— Luftstrom 608 lb/hr ft² (2 965 k/Std/m²),
— Bettdichte 2,6 ft (0,79 m).
— Kornfliessrate 9,0 bu/hr ft² (3 521,2 L/Std/m²),

REFERENCES

Bakker-Arkema F. W., Lerew L. E., Evans T. W., 1970. *Michigan State University grain drying models*, Paper 70-832, American Society of Agricultural Engineers, Saint-Joseph, Michigan.

Bakker-Arkema F. W., Brooker D. B., Eds., 1971. *Proceedings of the Institute for simulation of cooling and drying beds of agricultural products.* Department of Agricultural Engineering, Michigan State University, East Lansing, Michigan.

Bakker-Arkema F. W., 1972. *Heat and mass transfer during bulk storage of granular biological product* International Symposium in heat and mass transfer problems on food engineering, Wageningen, th Netherlands, October 24-27, 1972.

Bakker-Arkema F. W., Lerew L. E., DeBoer S. F., 1973. *Simulation of shelled corn drying.* Rese arch Report, Michigan Agricultural Experimental Station, Michigan State University, East Lansing Michigan. In press.

Bellman R., 1957. *Dynamic programming.* Princeton University Press, Princeton, N. J.

Bellman R., Kalaba R., 1965. *Programming and modern control theory.* Academic Press, New York

Bloom P. D., 1970. *Simulation of low temperature drying of shelled corn leading to optimization.* PhD thesis, University of Illinois, Champaign, Illinois.

Brooker D. B., Bakker-Arkema F. W., Hall C. W., 1973. *Grain drying.* AVI Publishing Com pany, Westport, Connecticut. In press.

Farmer D. M., 1972. *Optimization techniques for grain dryer design and analysis.* PhD thesis, Michigan State University, East Lansing, Michigan.

Hall C. W., 1957. *Drying farm crops.* Edwards Brothers, Ann Arbor, Michigan.

Kowalik J., Osborne M. R., 1968. *Methods for unconstrained optimization problems,* American Elsevier Publishing Company, New York.

Thompson T. L., 1966. *Predicted performances and optimal designs of convection grain dryers.* PhD thesis, Purdue University, Lafayette, Indiana.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (3), 291-304.

ENGINEERING APPROACH TO GRAIN STORAGE AND HANDLING IN INDIA

A. P. BHATNAGAR

College of agricultural Engineering, Punjab agricultural University. 8/30 Ludhiana, Punjab (India)

SUMMARY

The paper has discussed the present status of grain storage and handling in India. The shortcomings in engineering application have been enumerated. The principles of engineering measures in grain storage and handling have been described. The recent developments in engineering control measures in India and abroad have been discussed.

There has been very little use of system theory in grain storage and handling. Application of system theory in grain storage location, process selection and grain storage plan for a country has been demonstrated. In the end, important aspect of system development has been given too.

I. — PRINCIPLE OF SCIENTIFIC STORAGE AND ENGINEERING APPROACH

The scientific storage envisages the storing of cleaned, graded, dried and sound grains in well engineered storage structures in which temperature, relative humidity and gaseous atmosphere can be regulated according to the requirement. This leads to the following engineering control measures :

a) determining precise storage requirements of grains ;

b) development of suitable techniques for cleaning, grading, drying and other pre-storage operations ;

c) develop suitable engineering control measures during storage like aeration, controlled atmosphere, etc., to suit specific grain storage needs ;

d) develop measures for quick detection of damage, infestation, temperature and moisture of the grains when in storage ;

e) design and construction of economical and functional storage structures like airtight, ventilated or force aerated, controlled atmosphere and low temperature structures ;

f) development of a plan for national grid of post harvest handling and storage.

This paper deals with the present status of engineering as applied to grain storage and some recent studies conducted in India.

The experiments by the author and his associates, as reported in this paper, have been conducted under the north west indian conditions where summer temperature fluctuates between 23°5C and 32°6C and winter time temperatures vary from 13°7C to 28°4C. The relative humidity varies from 27 to 50 p. 100 during summer, 65 to 76 p. 100 during rainy season and 57 to 65 p. 100 during winter season.

II. — STORAGE REQUIREMENTS

Most of the work done so far has been limited to the study of storage insects and pests.

A study conducted by the author (1970) on wheat grains stored in airtight containers has shown that the losses in weight and infestation due to storage insects increased rapidly as the grain moisture exceeded 9 percent (w. b.). There was little breeding of insects in grains having 7 and 9 percent moisture contents. The percentage survival in *T. granarium* was the highest and then followed *S. oryzae* and *R. dominica*. The losses were less than 1 percent in 7 and 9 percent moisture grains after 6 months of storage. The results of the study conducted by the author and his collegues (1972) on the storage of maize kernels are summarised in table 1.

TABLE I

Maize kernel storage moisture

Grain moisture percentage (w. b.)	Period of storage (months)	Storage condition	Germination percentage decrease	Insect damage percentage
13	9	Non airtight (NA)	70	36
—	—	Airtight (AT)	0	—
11	12	NA	55	20
—	—	AT	60	—
9	12	NA	8	3
—	—	AT	6	—
7	12	NA	—	—
—	—	AT	—	—

Another study by the author and his colleagues (1973) has established the critical temperature of 60°C in drying maize kernels having 25 percent (d. b.) and below moisture content.

III. — PRESTORAGE TECHNIQUES

Considerable work has been done on drying of paddy, groundnut and chillies at indian Institute of Technology, Kharagpur. Department of agricultural Engineering, Punjab agricultural University, Ludhiana, has done work on field drying of wheat and paddy. RAJE and BHOLE (1971) dried two local parboiled paddy in LSU type dryer and came out with the following results :

a) the total intermittent drying time for particular conditions is less for high temperatures and more for low temperatures, the relationship being exponential ;

b) the fine variety dries slowly than the coarse variety for the same drying conditions ;

c) total milling yield of both the varieties was not significantly affected by the tem perature of the drying air;

d) prolonged drying time (including the tempering time) as in case of 60°C temperature had deterimental effect on the head yield of both the varieties;

e) drying air temperature of 70°C was found to be the most suitable for both the varieties at 4.25 kg/hr/kg air flow rate and 8 hours tempering in range of 15 to 16 per cent relative humidity;

f) temperature more than 100°C would not be advantageous but would be uneconomic and deterimental.

KACHRU *et al.* (1970) obtained drying characteristics of four different varieties of paddy viz. *Taichung Native-1, IR-8, Dular* and *Patnai-23.* They concluded :

a) drying rate is a function of the moisture content of the paddy at any time during the process of drying ;

b) the drying rate constant is a characteristics of paddy grains and is independent of rate of drying or moisture content ;

c) the derived equations from Newton's equation define the drying rate fairly closely.

BHOLE *et al.* (1970) compared sun-drying and mechanical drying of paddy. They found out ;

a) the total field yield for both the varieties investigated (*ADT-27* and *IR-8*) decreases significantly with the reduction in moisture content at harvest time. Early harvest at approximately 21.24 p. 100 m. c. resulted in an increase of 22 percent in the total grain yield over the yield obtained at 15 percent m. c.;

b) the head rice outturn for mechanically dried paddy increased considerably when paddy was harvested at relatively higher m. c. (21.24 p. 100);

c) the difference between the head yield of the mechanically dried and sun-dried paddy was significant when paddy was harvested at higher moisture content levels, mechanical drying being superior than sun-drying. However, this difference was insignificant when paddy was harvested at lower moisture contents.

SINGH and OJHA (1972) found out the following drying characteristics of groundnut :

a) total time taken in drying the samples to E. M. C. depended upon temperature, R. H. of drying air and initial m. c. (I. m. c.) of groundnuts ;

TABLE 2

Drying characteristics of groundnut at different temperatures and R.H of drying air

Sl. No.	Air condition		Initial moisture content of sample d. b. p. 100	Equilibrium moisture content of sample d. b. p. 100	Total drying time hr	Constant drying rate period M/hr. p. 100	$\frac{dM}{d\theta}$ drying constant drying rate period M/hr p. 100	Critical moisture content d. b. p. 100	K	Drying rate constant K hr^{-1}. Range of applicability m. c. (d. b.) p. 100
	Temp. °C	RH p. 100								
1.	50	38	66.40	11.20	16.5	0.6	20	54	0.348 0.292 0.147	66 to 20 20 to 13 8 to 11
2.	60	17	58.5	6.00	13.5	0.5	18	49	0.405 0.310 0.242	58 to 20 20 to 8 8 to 6
3.	60	38	65.0	8.75	11.0	0.5	17	54	0.390	Average throughout

TABLE 3

Drying characteristics of chillies at different temperature and R.H of drying air

Sl. No.	Air condition		Initial moisture content of sample d. b. p. 100	Equilibrium moisture content of sample d. b. p. 100	Total drying time hr	Constant drying rate period hr	$\frac{dM}{d\theta}$ during constant drying rate period M/hr p. 100	Critical moisture d. b. p. 100	Drying rate constant K hr^{-1}
	Temp. °C	RH p. 100							
1.	60	18	286	12.20	43.0	1.0	15.5	272	0.077
2.	70	16	213	9.20	32.0	1.5	17.0	190	0.146
3.	80	13	224	7.16	19.3	0.5	34.0	205	0.266

b) drying rate constants were higher at high temperatures and low R. H. values. Its value was higher in initial stage of drying and tended to drop with the m. c. This shows that drying took place at faster rate in the initial state and the rate decreased with time ;

c) $\frac{M - M_e}{M_o - M_e}$ versus M curve on semilog scale yielded straight line with three discernable slopes yielding three drying rate constants. Table 2 gives the details of drying.

Further reporting in the paper on drying of chillies, it was said that the total drying time, drying rate and critical moisture contents were dependent upon drying air temperature, R. H. and I. m. c. of chillies. Table 3 gives more details.

PATHAK *et al.* (1972) reporting about field drying of wheat, observed as follows. The studies indicate that unlike the wheat growing countries having mild temperature and high humidity conditions at the time of harvest, the number of days required for the moisture level to deplete in wheat grain from 25 to 9 p. 100 or so under north indian conditions is not more than two or three. In other words, even if the wheat harvest in northern India is advanced to the extent as to harvest at a moisture level of 18 to 20 p. 100, only 2 days may be gained by the farmer. This is confirmed by the observations for all three years. The data also indicates that moisture content in the grain depletes faster than in the rest of the plant. The top internode dries out faster than the lower internodes. The lower internodes continue to have moisture level as high as 30 p. 100 or more when the moisture level in the grain was depleted to only 7 p. 100. However, the moisture content of the rest of the plant comes down to the same level as that of the grain after a lag of a few days.

The studies have also shown that the wheat plant continued to loose moisture content throughout the day hours for the period of observation. However, up to the stage when the grain moisture content was over 30 p. 100 or so, there was a tendency for the moisture content to increase during the night hours. This could be explained by assuming that although the water transport processes in the plant were still active, these were not able to keep up with the evaporative demand on the plant surfaces during the day hours, hence the depletion in moisture percentage. During the night hours, due to reduced evaporative demand, the water transport rates in the plant could make up for a part of the depletion during the day time. There was, however, general trend for the moisture content to reduce. A moisture level between 20 and 30 p. 100 seems to represent the stage when the water transport processes in the plant become extremely slow or stop and the plant loses moisture during the day as well as night, behaving like a hygroscopic material till it reaches the equilibrium moisture content. After that, the grain moisture level fluctuates according to the atmospheric conditions.

IV. — ENGINEERING CONTROL MEASURES IN STORAGE

The author and his associates (1972) have found out that aeration was useful in the control of insects in wheat stored in 6 tonnes outdoor metal bins. The aeration was done only during day time.

In a study on aeration of maize, the author and his colleagues (1973) found out that the kernels stored in normal bin suffered highest loss in germination and insect damage as compared to kernels stored in force aerated and ventilated bins.

V. — MEASURES FOR QUICK DETECTION OF TEMPERATURE, ETC.

The author and his colleague (1972) have verified that the theoretical temperature predictions can be done accurately in the wheat stored in 6 tonnes outdoor metal bins based on the equations developped by CONVERSE *et al.* (1969). A thermo-sampler using copper-constantan thermocouple has also been developed by the author and his associate.

VI. — STORAGE STRUCTURES

6. 1. — *Domestic and farm storage structures*

A range of domestic metal containers (3- 5- 7.5 and 15 Qtls. capacities) have been developed by the Department of agricultural Engineering, Punjab agricultural University, Ludhiana. These work on the airtight storage principle which has been established by the author in his studies on 1.5 tonne capacity bins (1969). Wheat was stored in sufficiently air and moisture tight metal bin, mud bin and mud bin with polythene lining sandwiched between the two mud walls. The incidence of grain infestation was highest in the mud bins i. e. 34.5 p. 100 followed by 1.5 p. 100 in the polythene lined mud bins. The steel bin had the lowest infestation incidence i. e. less than 1 p. 100. The grains stored in steel bin had the highest germination percentage which was 89 p. 100 as compared to 87 p .100 found in the grains stored in mud bins.

Grain moisture also remained high in the mud bin when compared to the other bins. It may be recalled than in the laboratory tests with small tight, containers, the author found out the losses to be less than 1 percent in 7 and 9 percent moisture wheat after 6 months of storage. The oxygen level was between 8-9.8 p. 100. Results of the field study conducted by the author (1972) show that there was no infestation nor damage in wheat stored in tight metal bins after 8 months of storage when grain moisture was below 9 percent. This fact is also corroborated by yet another field study by WILSON *et al.* (1971) done in the villages of Punjab where tight metal bins were kept.

Table 4 shows that there was no infestation or damage in tight metal bins after 6 months of storage when the moisture was less than 9 percent. Three of the ten metal bins observed contained less than 9 percent m. c. initially and after 6 months of storage. In a fourth bin with 10.7 percent m. c. and no change in moisture during 6 months storage, there was considerable infestation and damage.

TABLE 4

Metal bins purchased and placed with farmers in Ludhiana district of Punjab

No.	Moisture Content			Insects/g sample						Kernel damage		Remarks
				sept.			dec.					
	I	S	B	RW	GB	FB	RW	GB	FB	sept.	dec.	
1 *b*	7.9	10.2	9.9	0	16	0	0	16	3	0.62	0.71	
8 *a*	7.3	8.9	8.1	0	0	0	0	0	0	0	0	
10 *a*	8.5	9.1	9.2	0	16	26	0	14	0	0.33	0.87	
11 *a*	10.7	19.7	10.7	0	75	51	0	208	43	2.29	7.36	High moisture at storage Fumigated in nov.
14 *a*	8.5	9.6	11.1	4	9	0	16	32	0	1.72	2.18	Fumigated nov.
15 *a*	8.5	11.7	12.7	0	672	0	0	102	0	8.28	5.20	Late storage in pacca room. Removed and dried.
17 *a*	8.4	9.2	8.5	0	0	7	0	0	0	0.17	0	
21 *a*	8.4	9.2	8.6	11	5	0	0	0	0	0.45	0	
24 *a*	8.8	11.8	10.7	28	42	14	3	38	0	2.71	1.75	Late storage in pacca room. Fumigated oct.
29 *a*	9.8	9.8	10.0	0	12	0	13	49	22	0.76	2.29	—

Average : 2.02

6. 2. — *Commercial storage*

The storage is done by the private traders, millers and state agencies. The Government is proposing to nationalise the grain trade in the near future. Food corporation of India and central Ware Housing Corporation and its subsidiaries state ware housing corporations are the state agencies which handle and store the food grains in the country.

Early nineteen hundreds saw the construction of dome shaped — brick masonry structure named « Golghar » at Patna, aerated wooden bins at Kashmir and first mechanized silo facility at Lyallpur (now in Pakistan). The organized storage structures started coming up in 1955 onwards. The post independent India saw the installation of two large silo facilities at Hapur and Calcutta which came as a gift under the T. C. M. programme from U. S. A. The present day flat storages consists of conventional truss structures, shell roofed, flat RCC roofed, and also reinforced concrete (RCC) bins with hopper bottoms. The conventioned truss structures are of following types :

a) angle iron truss ;
b) tubular truss ;
c) rolled steel joints supported on pedestals replacing RCC columns ;
d) reiser in which components were of built up steel sections ;
e) wooden.

Some of the disadvantages observed in conventional flat storages are :

a) no provision for mechanical handling ;
b) improper design for effective aeration and fumigation ;
c) improper concealing of valley gutter, pipes and other members to prevent entry of rodents, birds and rain water ;
d) faulty location of structural members which reduce the volume capacity.

The RCC structures are of 33 tonne capacity each and have been built in a battery of 15 bins. The main weakness lies in such bins in the mannual handling and spoilage of top surface of grains inside. Table 5 provides the details of labour requirement in handling of grains in such bins.

Energy expenditure if measured must be very high in climbing the flights to reach the top of bin 8.1 m high.

TABLE 5

Filling of R. C. C. bins

	Manual handling existing	Mechanical handling proposed
Man hours required to fill one bin	47	0.57
Cost of filling in Rs. per tonne	5	1.50

Some of the deficiencies pointed out have been removed in the recent constructions. Indian Standards Institution has formulated several indian standards on the storage structures and scientific storage practices.

VII. — GRAINS HANDLING

A long term plan for the post-harvest handling and storage of grains is lacking in the country. The investment on warehousing and marketing has been very poor. The figures given below speak for themselves.

	1956-61	1961-66	1966-69	1969-74
	—	—	—	—
Rs. in crores (1)	5.0	27.4	15	94.1
Percentage of total expenditure on agric. programmes	1.8	3.8	1.5	3.9

(1) 1 crore is 10 millions.

During the same period, the cereal production has registered 58 percent growth whereas the percentage figure of investment on warehousing to total expenditure as agriculture has crept up by 2.16 p. 100 only. Even this investment has been done on the creation of large and medium storage and handling facilities and establishment of substandard markets. More investment is now needed in storage and hand-

TABLE 6

Storage capacity owned by Government and its agencies

(in 'ooo tonnes)

Year	Capacity	p. 100 ratio of capacity to total available cereals
1955-56	231.6	0.396
1956-57	239.7	—
1957-58	264.1	—
1958-59	377.4	—
1959-60	498.4	—
1960-61	696.0	0.92
1961-62	1 195.0	—
1962-63	1 586.0	—
1963-64	1 808.6	—
1964-65	1 879.8	—
1965-66	1 953.2	2.62
1966-67	2 009.9	2.72
1967-68	2 035.3	2.59
1968-69	2 424.9	—
1969-70	2 812.7	—
1970-71	3 451.5	—
1971-72	3 909.8	

ling. This fact is amply corroborated by the table 6 which shows that the organised capacity is even less than 10 p. 100 of the requirement.

Investment pattern also needs to be changed in favour of creating domestic, farm and village level storage facilities.

7. 1. — *Grain handling in grain mandies*

The problem of grain handling is not that acute at farm level as the volume handled is less and accomplished manually. The problem will become a grave one when relay crop pattern becomes popular. The grain mandies and railway stations are the focal points where the bottleneck in grain handling occurs in the current indian scene.

The existing grain mandies are not planned to handle the market arrivals of today. The mandies have insufficient storage space, faulty location and not to easy access. The mandies have illmatched equipment for grain handling. Slow moving animal carts, manually operated tools like hand shovels, brooms, hand sieves or chhajs are the popular equipments in use. There is inadequate space for parking the trucks, trailers and carts.

A study (1970) has been made by the Department of agricultural Engineering, Punjab agricultural University on the time and labour requirements for handling market arrivals which are summarised in table 7.

TABLE 7

Time and labour requirements for an average peak day with 3 201 tonnes arrival

Operation	Units to be handled per day	Time and labour requirements (man hours)	
		Per unit	Total
Unloading			
Animal carts	790	0.372	294.9
Tractor trailers	395	0.8	316.0
Trucks	109	1.135	123.5
			734.4
Sieving and cleaning			
Animal cart loads ...	790	2	1 580.0
Tractor trailer loads ..	395	4.5	1 777.5
Truck load	109	6.67	727.0
			4 084.5
Bagging			
Filling	30 210	0.056 7	1 712.0
Weighing	—	0.004 16	126.0
Stocking	—	0.004 16	126.0
Stitching	—	0.016 6	503.5
			2 467.5
Loading to transportation out of mandi..	30 210	0.026 6	805.6
		Grand total	8 092.0

The table clearly brings out the fact that sieving operation alone consumes about 60 percent of man hours and engage large number of force. Moreover it warrants space for stacking the 30,210 bags and also for the 790 animal carts, 395 tractor trailers and 109 trucks. This king of situation is representative of a Punjab mandy during wheat grain handling. This is happening elsewhere too.

Due to the introduction of threshers and combines, high moisture grains have started coming in the market. Wheat containing 20 p. 100 and above, maize 30 p. 100 and paddy 30 p. 100 moisture are arriving in the markets. Untimely rains also increase the grain moisture. To make the matter worse, there are no drying facilities either at the farms/villages and mandies.

With the consequence, a farmer has to suffer economic losses in the transaction. Maize sells at Rs. 37 per quintal if it contains 30 p. 100 moisture and whill fetch Rs. 62.50 per quintal if dried. Similar thing happens with paddy and wheat.

7. 2. — *Railways*

Next to iron ore and coal indian railways are the single largest mover of the grains in the country. A study made at the Punjab agricultural University (1972) has revealed the following shortcomings :

a) nonavailability of wagons in time ;
b) railway sidings at most of the stations are far below the requirements of the inward and outward traffic which delays in loading ;
c) covered sheds capacity is negligible. This results in great losses to the grains while swaiting lift ;
d) raised platforms are not many. The absence of these platforms affects the efficiency of labour ;
e) box wagons are difficult to load ;
f) inadequacy of railway sidings near the market yard ;
g) no light arrangement at some of the loading sites.

In addition to these, the railways do not possess large sized storage, drying and mechanical handling facilities. There are no special purpose grain wagons although railways do have special purpose wagons for carry petrol, stone chips, coals, heavy equipment and vehicles.

VIII. — SYSTEM ANALYSIS APPLICATION

System analysis is a powerful tool in the solution of problems like interstate movement of grains, within the state movement of grains, location of storages and in developing a national grid plan of grain storages. One simple example of grain movement within the state is now explained.

Ludhiana, Jullundur and Patiala are the three major cereals grain producing areas in Punjab. Let there be five major distribution points that serve various market areas in the towns of Khanna, Amritsar, Chandigarh, Bhatinda and Ferozepur. The three producing areas determine availability of grains and the market demand

in the five major area determine the requirements to be met. The problem is one of determining an allocation of the available grain from three producing centres to meet the demand of five market areas such that cost of distribution is minimum. The location of storages at five market areas can be changed and cost of distribution can be recalculated. Thus by repeating the process and comparing cost of distribution, suitable location points for storage and capacity determination can be done.

The available grain supply at three centres and demand are shown in table 8. From the table, one can see that 19,000 tonnes of grains are available from Patiala, 28,000 tonnes from Ludhiana and 25,000 tonnes from Jullundur. The total available is 72,000 tonnes. The demand is distributed as shown in the bottom row of the table.

TABLE 8

Summary of quantity of wheat required and distribution cost per thousand
(Distribution matrix of transportation)

To dist. points / From produc. areas	Khanna (V)	Amritsar (W)	Chandigarh (X)	Bhatinda (Y)	Ferozepur (Z)	Availability in producing areas in 1000's
Patiala (A)	42	42	44	40	44	19
Ludhiana (B)	34	42	40	46	48	28
Jullundur (C)	46	44	42	48	46	25
Required at distri. points in 1000's	11	13	7	17	24	72

These figures of grain available and demand are termed as rim conditions. The figures in small boxes are of distribution costs. For example, distribution costs of 1,000 tonnes of grains from Patiala to Ferozepur is Rs. 44. The production areas are named A, B and C and distribution centres designated as V, W, X, Y and Z. The objective now is to distribute 72,000 tonnes of grains available from A, B and C to V, W, X, Y, Z such that distribution costs are minimum. The problem is solved by VOGEL's approximation method, the procedure of which has been explained below :

a) determine the difference between the two lowest distribution costs for each row and each column ;

b) select the row or column with the greatest difference ; column V has the greatest difference of 8 ;

c) assign the lowest possible allocation with in restrictions of the rim conditions to the lowest cost square. Under column V, the lowest cost square is BV. Assign 11 units to it.

d) cross out any row or column completed by assignment made just now. Requirements for column V are made by assigning value to VB and therefore cross AV and CV so that no future allotments are made to these ;

e) recalculate the differences as in step *a* except for rows and columns that have been crossed out. In the recalculation of differences, only row B is affected ;

f) repeat steps *b* to *e* until all assignments have been made ;

g) table 9 shows all the operations and the final VAM distribution matrix.

TABLE 9

Distribution matrix with VAM row and column differences

		8	**20**	**2**	**6**	**2**		
To		V	W	X	Y	Z	Available	
From	A	8 X	8 2	10 X	6 17	10 X	19	**2**
	B	0 11	8 10	6 7	12 X	14 X	28	**6 2 6**
	C	12 X	10 1	8 X	14 X	12 24	25	**2**
	Required	11	13	7	17	24	72	

The results show that Ludhiana has to send grain load of 11,000 tonnes to Khanna, 10,000 tonnes to Amritsar and 7,000 tonnes to Chandigarh. Similarly one can read for other producing areas.

RÉSUMÉ

GÉNIE INDUSTRIEL DU STOCKAGE ET DE LA MANUTENTION DU GRAIN EN INDE

Cet exposé fait le point de l'état actuel du stockage et de la manutention des grains en Inde. Les problèmes posés par la mise en place de techniques modernes sont énumérés.

Les principes concernant les techniques de stockage et de manutention des grains sont décrits. L'évolution récente des mesures de contrôle en matière de génie industriel, aux Indes et à l'étranger, est analysée.

On a très peu utilisé la méthode théorique en matière de stockage et de manutention des grains.

L'application d'une méthode théorique à la définition des emplacements de stockage, au choix des techniques et à l'élaboration d'un plan de stockage pour une région, est démontrée.

Enfin, un important aspect de la mise au point du système est donné.

ZUSAMMENFASSUNG

DIE LAGER- UND FÖRDERTECHNIK FÜR GETREIDE IN INDIEN

Dieser Beitrag beschreibt die heutige Lage der Getreide — Lagerung und — Förderung in Indien. Die Schwierigkeiten in bezug auf die Anwendung einer Mechanisierung werden angedeutet. Die Grundsätze der Mechanisierung von Getreide-Lagerung und Förderung werden beschrieben. Die neuzeitliche Entwicklung der Mechanisierung in Indien und im Ausland werden diskutiert.

Die systematische Theorie bezüglich der Getreide-Lagerung und — Förderung wurde bis heute nur selten angewandt. Die Anwendung der Planningstheorie zur Bestimmung des Lagerorts, zur Auswahl des Verfahrens und zur Ausarbeitung eines Lagerungsplans für ein Land wird dargestellt. Zum Schluss wird noch ein wichtiger Aspekt zur Entwicklung des Systems angegeben.

REFERENCES

Arora B. K., Bhatnagar A. P., Bakshi A. S., 1973. *Critical temperature in drying of maize seeds.* Paper presented in the XIth Convention of indian Society of agricultural Engineers held at Coimbatore on January 18-20, 1973.

Bakshi A. S., Bhatnagar A. P., 1972. Temperature study in grain storage bins. *J. agric. Engg.*, **9** (2), 30-43.

Bakshi A. S., Bhatnagar A. P., 1972. Studies on storage of wheat grains in outdoor metal bins. *J. Res., Punjab agric. University*, Ludhiana.

Bhatnagar A. P., Harcharan Singh, 1970. Wheat grains moisture requirement under airtight storage conditions. *J. Agric. Engg.*, **7** (3), 46-59.

Bhatnagar A. P., Bakshi A. S., Balbir Kumar, 1972. *Critical moisture requirements for storage of maize kernels.* Unpublished paper. Department of agric. Engg. Punjab agricultural University, Ludhiana.

Bhatnagar A. P., Bakshi A. S., 1973. *Aeration in maize kernels.* Unpublished article. Dept. of agric. Engg, Punjab agricultural University, Ludhiana.

Bhatnagar A. P., 1969. Performance study on grain storage bins. *J. agric. Engg*, **6** (2), 48-55.

Bhatnagar A. P., 1972. *Field studies on metal bin storage of wheat grains.* Unpublished report. Dept. of agric. Engg., Punjab agricultural University, Ludhiana.

Bhole N. G., Satish Bal, Wimberly J. E., Rama Rao V. V., 1970. Paddy harvesting and drying studies. *J. agric. Engg.*, **7** (3), 15-20.

Converse H. H., Graves A. H., Chung D. S., 1969. *Transient heat transfer with in wheat stored in a cylindrical bin.* Paper presented at the winter meeting of A. S. A. E.

Gill K. S., 1972. *Wheat market behaviour in Punjab and Haryana post harvest period* 1968-69 *to* 1970-71. A Report of Dept. of Econ. and Soci,. Punjab agric. University, Ludhiana.

Kachru R. P., Ojha T. P., Kurup G. T., 1970. Drying characteristics of indian paddy varieties. *J. agric. Engg.*, **7** (3), 16-23.

Pathak B. S., Mahajan V., Major Singh, 1972. Studies on rate of drying of wheat crop in the field. *J. agric. Engg.*, **9** (2), 76-84.

Raje S. R., Bhole N. G., 1971. *Model studies in parboiled paddy drying. J. agric. Engg.*, **8** (1), 1-17.

Singh R. S., Ojha T. P., 1972. Drying characteristics of groundnut and chillies. *J. agric. Engg.*, **9** (2), 50-61.

Singh Rajendra 1970. *Grain handling in Punjab.* Paper presented at the IXth annual meeting of I. S. A. E. held at Udaipur Dec. 21-23.

Wilson Harold, Amar Singh, Bindra O. S., Travis R., Everett, 1971). *Rural wheat storage in Ludhiana Dist. Punjab.* The Ford Foundation, 32 Ferozshah Road, N. Delhi, India.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (3), 305-312.

SIMULTANEOUS HEAT AND MASS TRANSFER IN CONVECTIVE DRYING OF BIOLOGICAL MATERIALS

C. S. CHEN

Department of Food and Agricultural Engineering,
University of Massachusetts,
Amherst, Massachusetts 01002 (U. S. A.)

SUMMARY

This paper presents an analysis of the ways in which heat, mass and volume transfer processes interact to govern rates of sorption of moisture from a biological material being dried. Vapor phase diffusion and heat conduction within an elastic membrane are considered on the basis of the principles of non-equilibrium thermodynamics. It is shown that the processes of heat, mass and volume transfer are coupled together in a system being dried. The simplified mass transfer equation is found coupled with the shrinkage equation as follows :

$$\frac{\partial u}{\partial t} = D\left(\frac{\partial^2 u}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 u}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 u}{\partial z^2}\right)$$

and

$$\frac{\partial V}{\partial t} = K_{33}\left(\frac{\partial^2 \varphi}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 \varphi}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 \varphi}{\partial z^2}\right).$$

An approximate method for obtaining solutions is presented. The value of D is found to be a constant for a wide range. The theory of drying biological materials in the practical processing temperature range is proposed.

INTRODUCTION

The drying of food products is one of the most widely known processes in food and agricultural processing industries. Of the greatest interest in the kinetic calculation of the convective drying process is the time in which a material can be dried from an initial value to some desired final value in a dryer at the prescribed values of temperature, humidity and rate of air flow. Accurate prediction is desirable because delicate characteristics of biological materials require precise control of drying processes in order to preserve quality of the products. This presentation explores the ways in which heat, mass and volume transfer processes interact to govern the

kinetics of moisture migration from a biological material being dried. Analysis of the system is made on the basis of the principles of non-equilibrium thermodynamics. The effects of shrinkage on the evaluated values of the diffusion coefficients are shown.

ANALYSIS OF SIMULTANEOUS PROCESSES IN DRYING OF BIOLOGICAL MATERIALS

It is usually assumed that the kinetic of moisture migration in biological materials is predominately a molecular phenomenon and follows the FICK diffusion law. Therefore, the diffusion model of the form

$$\frac{\partial u}{\partial t} = D \nabla^2 u \tag{1}$$

or

$$\frac{\partial u}{\partial t} = \text{div (D grad } u) \tag{2}$$

has often been used for the interpretation of time-weight relationships. KING (1968) pointed out that diffusion coefficients obtained from this model have been difficult to interpret and have led to anomalous results reported in the literature. In order to improve the prediction, most researchers tend to adopt the variable diffusion coefficient. This is purely an empirical approach and has no rational basis. One of the possible factors for the inadequacy of the solution of the diffusion equation is the effect of shrinkage that will be considered as follows.

When the biological tissue is subject to a constant drying condition, the drying system can be described thermodynamically as shown in figure 1. Consider the material (system 1) is suspended in a constant air temperature and humidity container

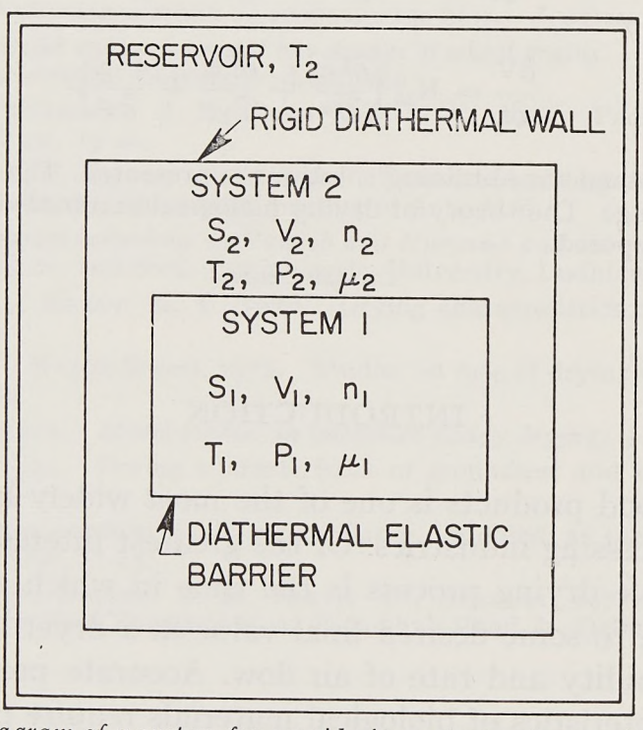


FIG. 1. — *Schematic diagram of a system for considering entropy changes in an adiabatic system*
The two sub-systems are separated by a diathermal, elastic barrier that is permeable to one of the components in the system

(system 2), that the wall surrounding the container is diathermal, which is kept in equilibrium with heat reservoir at the constant temperature.

The system, including both system 1 and 2, is separated by a rigid diathermal wall so that energy can pass from reservoir to the system, but no external mechanical work can be done upon the system. The system as a whole is composed of system 2 and its sub-system 1 that is separated by a diathermal, elastic barrier so that both energy and one of the components in the system can exchange.

On the basis of the above considerations, the following relationships have been derived by CHEN (1972) according to the principles of non-equilibrium thermodynamics (KATCHALSKY and CURRAN, 1967).

The following dissipation function can be obtained

$$T\sigma = J_u \text{ grad } (-T) + J_v \text{ grad } (-\varphi) + J_n \text{ grad } (-\mu) \tag{3}$$

and the set of phenomenological equations relating to three flows and forces defined by equation (3) can be written as follows :

$$J_u = L_{11} \text{ grad } (-T) + L_{12} \text{ grad } (-\mu) + L_{13} \text{ grad } (-\varphi) \tag{4}$$

$$J_n = L_{21} \text{ grad } (-T) + L_{22} \text{ grad } (-\mu) + L_{23} \text{ grad } (-\varphi) \tag{5}$$

$$J_v = L_{31} \text{ grad } (-T) + L_{32} \text{ grad } (-\mu) + L_{33} \text{ grad } (-\varphi). \tag{6}$$

On the basis of conservation of energy, mass and volume, e. g.

$$\frac{\partial T}{\partial t} = - \text{ div } J_u \tag{7}$$

the following equations can be derived.

$$\frac{\partial T}{\partial t} = K_{11} \nabla^2 T + K_{12} \nabla^2 u + K_{13} \nabla^2 \varphi \tag{8}$$

$$\frac{\partial u}{\partial t} = K_{21} \nabla^2 T + K_{22} \nabla^2 u + K_{23} \nabla^2 \varphi \tag{9}$$

$$\frac{\partial V}{\partial t} = K_{31} \nabla^2 T + K_{32} \nabla^2 u + K_{33} \nabla^2 \varphi. \tag{10}$$

The set of equations (8), (9) and (10) demonstrates that, theoretically, the heat, mass and volume transfer processes are coupled simultaneously. This can be considered as an extension of the set of simultaneous heat and mass transfer equations developed by LYKOV and his school (LYKOV and MIKHAILOV, 1965). They have derived the equations for drying capillary porous materials as follows :

$$\frac{\partial T}{\partial t} = K_{11} \nabla^2 T + K_{12} \nabla^2 u \tag{11}$$

$$\frac{\partial u}{\partial t} = K_{21} \nabla^2 T + K_{22} \nabla^2 u. \tag{12}$$

The present derivation indicates that the volume is a function of time ; so is the space variables for the set of equations (11) and (12). Therefore, if the shrinkage occurs, the conventional solutions of equations (11) and (12) as well as equation (1) are no longer applicable to the system under consideration. Unfortunately, the set

of equations (8), (9) and (10) is so complex that the analytical solution has not yet become available.

The set of equations (11) and (12) has been investigated most thoroughly in the past two decades (FULFORT, 1969). Applications of the LYKOV's system of equations have revealed that the thermal-diffusion effect can be neglected up to temperatures of order 120-125°C (PLANOVSKI *et al.*, 1969 ; RUDOBASHTA *et al.*, 1969). In other words, equation (12) can be simplified to equation (1).

There appears that the set of equations (8), (9) and (10) can be simplified to the principal terms. In other words, the left hand side is equal to the principal diagonal terms of the right hand side of the equations. The mass transfer equation is found coupled with the shrinkage equation as follows :

$$\frac{\partial u}{\partial t} = K_{22} \nabla^2 u \tag{13}$$

and

$$\frac{\partial V}{\partial t} = K_{33} \nabla^2 \varphi. \tag{14}$$

When the resistance to internal volume transfer is small as compared with the resistance to contraction at the outer layer and the ideal gas law holds, then equation (14) can be simplified to

$$\frac{\partial V}{\partial t} = - K (V - V_e). \tag{14 a}$$

where K is the volume shrinkage coefficient. The solution of equation (14 *a*) is

$$V = V_e + (V_o - V_e) e^{-Kt}. \tag{14 b}$$

EXPERIMENTS ON DRYING

A laboratory vaccum dryer was used for the drying experiments. A pyrex glass bottle with grounded fit removable cap was used for volume measurements. The volume was determined by water displacement methods. The weight was measured by an electrical balance accurate to 10^{-4} g. Thompson seedless grapes with skins removed were used as samples.

A set of three samples was used for drying at 54°5C. Both weight and volume measurements were made at a given time interval during the drying.

RESULTS

The shrinkage curve was established experimentally. For the data of grapes, the following empirical relationship was obtained :

$$V = 0.85 + 2.75 \exp (- 0.46 t). \tag{15}$$

Consider the piece of grape as a sphere of homogeneous material, by substituting

$$V = \frac{4\pi}{3} r^3 \tag{16}$$

equation (15) is transformed into

$$r = [(0.23 + 0.657 \exp(-0.46\, t)\,]^{1/3}. \tag{17}$$

The mass transfer equation (13) for a one dimensional sphere becomes

$$\frac{\partial u}{\partial t} = D\left(\frac{\partial^2 u}{\partial r^2} + \frac{2}{r}\frac{\partial u}{\partial r}\right) \tag{18}$$

where r is related to time by equation (17) and $D = K_{22}$.

Since there is no analytical solution available at the present time for the system of equations (18) and (17), the following approximate method is employed. Solve the equation (18) for the vaccum drying (the boundary conditions of the first kind) and the solution for the fixed coordinate system is given by CRANK (1956) :

$$\frac{U - U_e}{U_o - U_e} = \frac{6}{\pi^2}\sum_{n=1}^{\infty}\frac{1}{n^2}\exp\left(-\frac{n_2\,\pi_2\,D}{a^2}\right)t. \tag{19}$$

Substitute a in equation (19) by r and evaluate the value of r from equation (17), the approximate solution for the set of equations (18) and (17) subject to boundary condition of the first kind is

$$\frac{U - U_e}{U_o - U_e} = \frac{6}{\pi^2}\sum_{n=1}^{\infty}\frac{1}{n^2}\exp\left[-\frac{n^2\,\pi^2\,D\,t}{(0.203 + 0.657\exp(-0.46\,t)\,2/3}\right]. \tag{20}$$

Both equations (19) and (20) were used to correlate the data. The values of D were evaluated by taking the point $t = 2$ hr and $U = 2$ g. Three values of D were calculated from equation (19) with various radia assumed. One value of D was calculated from equation (20). Table 1 shows the results.

TABLE 1

The values of the diffusion coefficient, D, for the Thompson seedless grape vacuum dried at 54°5C and 10 mm Hg

Formulas	CHEN's method	Ordinary method		Average method [1]
	Eq. (20)	Eq. (19)		Eq. (19)
	$r = r(t)$	$a = a_0 = 0.95$ cm	$a = a_e = 0.59$ cm	$a = 1/2\,(a_0 + a_e) = 0.77$ cm
The value of $D \times 10^{-6}$ cm^2/sec	4.08	5.97	2.28	3.61

[1] Suggested by SARAVACOS and CHARM (1962).

Using $D = 4.08 \times 10^{-6}$ cm²/sec, we can compare the goodness of fit fo various methods. These are shown in figure 2.

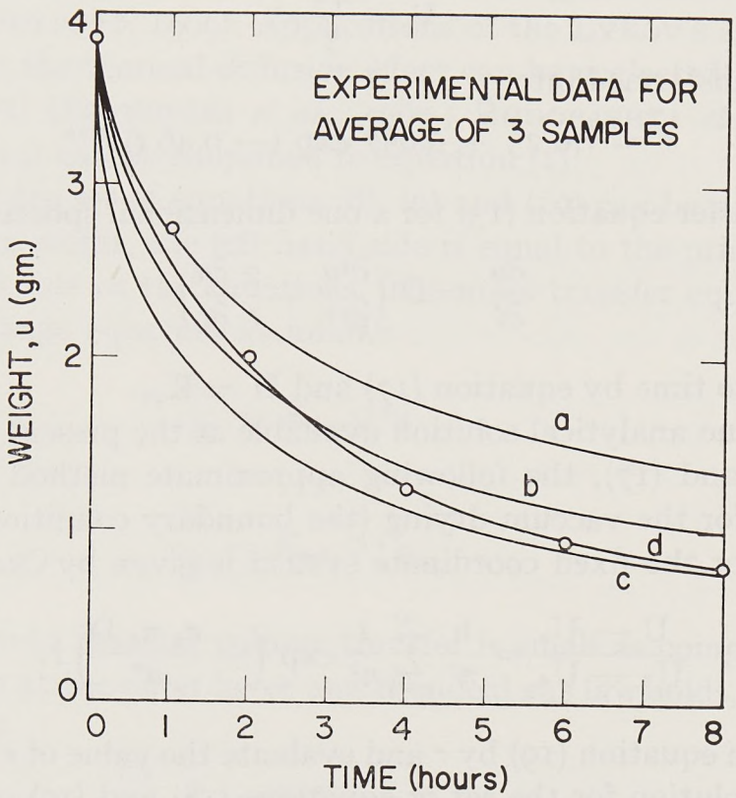


FIG. 2. — *The drying curve for the Thompson seedless* (without skin) *grape vacuum dried at 54°5C and 10* mm Hg

The lines are calculated from equation (19) with
$D : 4.08 \times 10^{-6}$ cm²/sec and
a) $a = 0.59$ cm
b) $a = 0.77$ cm
c) $a = 0.91$ cm
d) $a = r(t)$ (or equation (20))

DISCUSSION

The results shown in table 1 indicate that no consistent values of D can be obtained from equation (19). The value depends on the thickness assumed. Figure 2 shows that equation (20) agrees well with the experimental data, but equation (19) does not. This is in agreement with the work of RUDOBASHTA *et al.* (1969) which indicates the same value of D does not fit well with different thicknesses for the sample by using the solution of the diffusion equation (19). On the other hand the constancy of D evaluated from equation (20) is substantiated by the work of JASON (1958) which shows the value of D for fish remains constant down to about 15 p. 100 moisture. At this moisture content, a second diffusion constant controls the migration of moisture. The value of the second diffusion constant is in the order of 1/5 the first diffusion constant.

In order to improve the fit by the solution of the diffusion equation, it was necessary to assume the diffusion coefficient as a variable. Although the non-linear diffusion equation also fits well with the experimental data, it is by no means a proof of the non-linear theory. There appears that the value of D remains constant for the whole moisture range observed from 427 p. 100 to 3 p. 100 on the dry basis.

NOTATION

D : the diffusion coefficient or diffusion constant;
J_n : flow of mass;
J_u : flow of energy;
J_v : flow of volume;
K_{ij} : coefficient;
L_{ij} : phenomenological coefficient;
n : number of moles of moisture;
P : pressure;
r; a : time variable radius ; constant radius;
S : entropy;
t : time;
T : temperature ; absolute temperature;
u; U : moisture content, dry basis ; weight;
V : volume;
x, y, z : space coordinates;
φ : T/P;
$\nabla^2 : \frac{\partial^2}{\partial x^2} + \frac{\partial^2}{\partial y^2} + \frac{\partial^2}{\partial z^2}$;
μ : chemical potential;
σ : local entropy production;
$T\sigma$: dissipation function;

Subscript :
1 : system 1;
2 : system 2;
0 : initial;
e : final.

ACKNOWLEDGEMENT

This research was supported in part by a grant from the Research Council of the University of Massachusetts, Amherst.

RÉSUMÉ

TRANSFERTS SIMULTANÉS DE CHALEUR ET DE MASSE PENDANT LE SÉCHAGE PAR CONVECTION DE MATIÈRES BIOLOGIQUES

Cet exposé présente une analyse de la manière dont les processus de transfert de chaleur, de masse et de volume interagissent pour déterminer la vitesse de sorption de l'eau d'une matière biologique pendant le séchage.

Suivant les principes de la thermodynamique de non-équilibre, on considère la diffusion dans la phase vapeur et les phénomènes de conduction thermique à l'intérieur d'une membrane élastique.

On démontre que les processus de transfert de chaleur, de masse et de volume sont étroitement reliés dans un système en cours de séchage.

On montre l'existence de phénomènes de contraction importants des valeurs estimées des coefficients de diffusion.

ZUSAMMENFASSUNG

GLEICHZEITIGE ÜBERTRAGUNG VON WÄRME UND MASSE WÄHREND DER TROCKNUNG DURCH KONVEKTION VON BIOLOGISCHEN MATERIEN

Dieser Artikel stellt eine Analyse der Art und Weise dar, in welcher Wärmeübergang, Massenübergang und Volumenübergangs-Prozese aufeinander einwirken, um dei Sorptionsgrade der Feuchtigkeit aus einem biologischen Material, das getrocknet wird, zu beherrschen. Die Diffusion

in der Dampfphase und Wärmeleitung innerhalb einer elastischen Membrane sind nach den Grundsätzen der Nichtgleichgewicht-Thermodynamik zu betrachten. Es zeigt sich dass die Vorgänge des Wärmeübergangs, des Massenübergangs und des Volümenübergangs in einem System, das gatrocknet wird, miteinander verbunden sind. Betrachtliche Schwundwirkungen sind auf die Werten der Diffusions-konstanten zu finden.

REFERENCES

Chen C. S., 1972. *Heat and mass transfer in convective drying of biological tissues.* Paper No. 72-88g presented at the Winter Meeting, Am. Soc. of Agric. Engrs., Chicago, Ill., dec. 11-15, 1972.

Crank J., 1956. *The mathematics of diffusion.* Oxford Press, London.

Fulford G. D., 1969. A survey of recent soviet research on the drying of solids. *Can. J. Chem. Eng.*, **47** (8), 378-391.

Jason A. C., 1958. A study of evaporation and diffusion processes in the drying of fish muscle. In: *Fundamental aspects of the dehydratation of foodstuffs.* The Macmillan Co., New York.

Katchalsky A., Curran P. F., 1967. *Nonequilibrium thermodynamics in biophysics.* Harvard Univ. Press, Cambridge, Mass.

King J. C., 1968. Rates of moisture sorption and desorption in porous dried foodstuffs. *Food Technol.*, **22** (4), 165-171.

Lykov A. V., Mikhailov Y. A., 1965. *Theory of energy and mass transfer*, Pergamon Press, N. Y.

Planovskii A. N., Rudobashta S. P., Svinarev V. A., 1969. Kinetic calculation of the drying processes with the help of dependances of type $E = f(Bi_d, Fo_d)$. *Theoret. Foundation chem. Engin.*, **3** (1), 32-36.

Rudobashta S. P., Planovskii A. N., Fokin A. P., Bomshtein V. E., 1969. The theory of convective drying. *Theoret. Foundation chem. Engin.*, **3** (2), 239-244.

Sarvacos G. D., Charm S. E., 1962. A study of the mechanism of fruit and vegetable dehydration. *Food Technol.*, **16**, 78-81.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (3), 313-318.

TRANSIENT AIR TEMPERATURE AT LOW FLOW DESHYDRATES DEEP BEDS OF GRAIN

G. C. SHOVE

Agricultural Engineering Department
University of Illinois, Urbana-Champaign (U. S. A.)

SUMMARY

An in-store, low temperature, low airflow drying facility has a high capacity since it can receive the complete storage volume of grain at one time. Grain handling is minimized since the grain remains in storage after the drying is completed. The major objection to in-store drying (overdrying of the lower portion of deep beds) is minimized by supplying air as nearly as possible in equilibrium with the final desired grain moisture content. Each day, some moisture is also removed from the complete grain mass by the passage of a cooling zone through the bed as a result of the daily fluctuation in air temperature. Heat accumulated by the grain during the warmer hours of the day is transferred to the cooler nighttime air, increasing the capacity of the air for absorbing moisture as the cooling zone advances through the wet grain.

An airflow of one cubic meter per minute per ton of grain (one cubic foot per minute per bushel) is provided to pass a cooling or heating zone through a bed of grain in about 12 hours to take advantage of the daily cyclic variation in air temperature. During the several day period required for the drying zone to move through the grain, some moisture is removed from the wet grain above the drying zone by the daily cooling. Gradual reduction of the moisture content of the complete grain mass increases the time allowable for drying to be completed.

Laboratory drying tests using a varying input air temperature confirmed the loss of moisture from wet grain above the drying zone. Observations in Illinois of low temperature, low airflow shelled corn drying has proven the success and acceptance by the United States corn producer of this method of drying. Electrical resistance heaters provide the heat on most of the installations. Information is also presented to help select appropriate equipment for low temperature, low airflow grain drying systems.

The phenomenon of cooling a wet, warm product with air can be illustrated diagrammatically on a psychrometric chart (fig. 1).

The temperature of the cool air, t_c, will increase to the warm product temperature t_p, as the air passes through the wet product. At the same time, the moisture content of the air, w_a, will increase to w_{eq}, an amount in equilibrium with the product at temperature t_p.

The time required to cool the product depends on the airflow rate and the change in enthalpy of the air, h_2-h_1. The change in enthalpy (increase in air temperature and

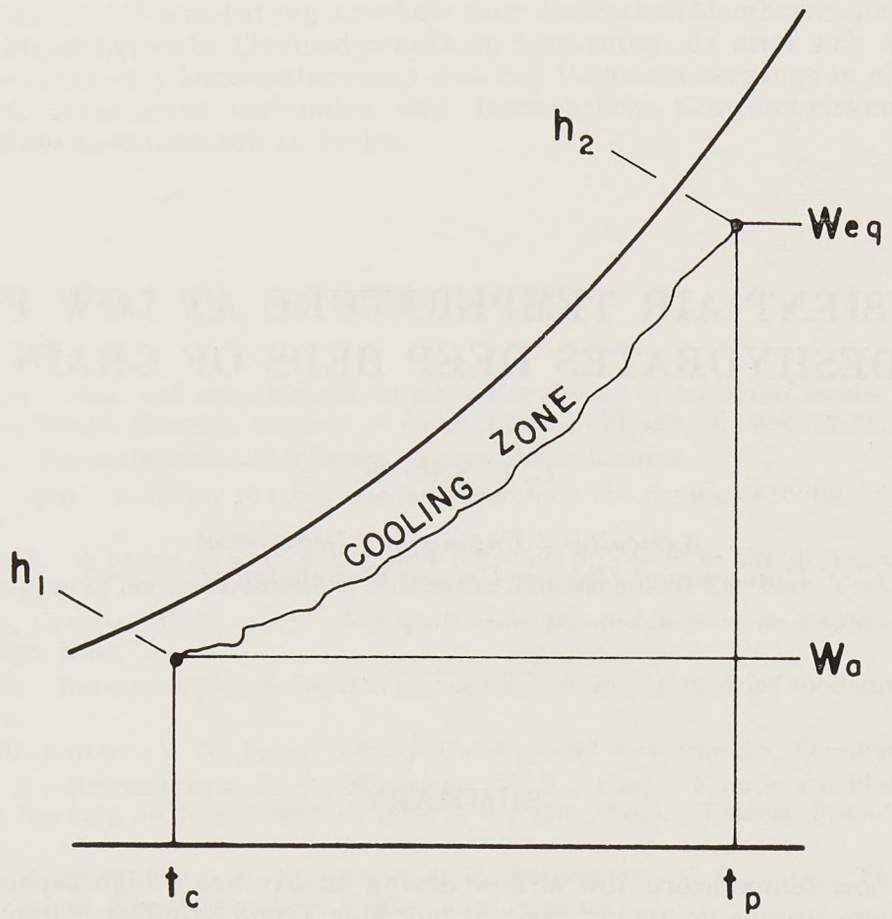


FIG. 1. — *Moisture absorbed by cool air passing through a wet, warm product*

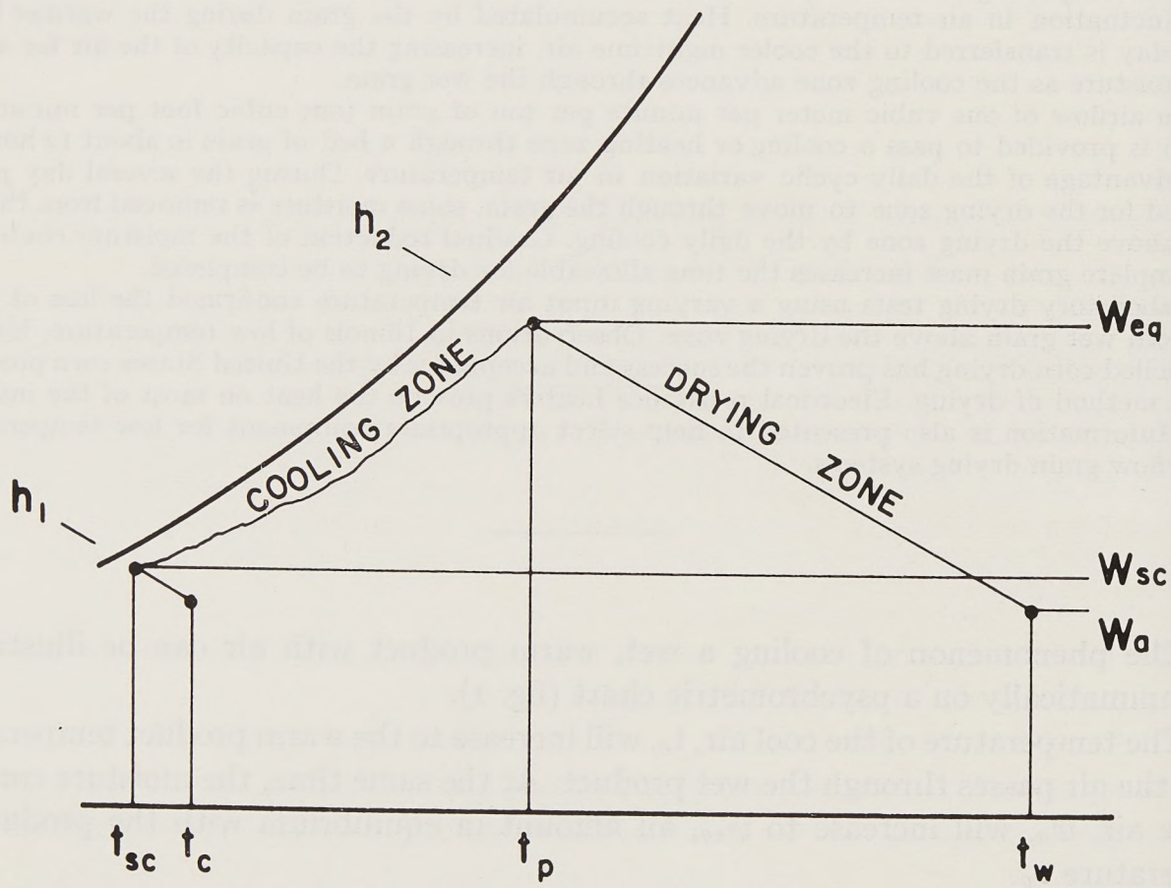


FIG. 2. — *Comparison of adiabatic increase of moisture in air in a drying zone with non-adiabatic increase of moisture in air in a cooling zone*

moisture content) takes place in the cooling zone ; therefore, moisture is removed from the complete depth as the cooling zone advances through the product.

The phenomenon of deep-bed drying of a wet product by passing cooling zones through the product has particular significance in low-temperature grain drying since daily fluctuation of air temperature creates daily cooling. Low-temperature drying with a transient daily temperature is illustrated in figure 2.

During the heat of the day, warm air, t_w, approaches saturation adiabatically, absorbing w_{eq}-w_a moisture from the grain as the air passes through the drying zone. The wet grain above the drying zone takes on temperature t_p. During the cool of the night, the cool air, t_c, approaches saturation adiabatically in the drying zone ; however, upon exiting from the drying zone the air, t_{s_c}, creates a cooling zone as it is warmed to the wet-grain temperature, t_p. In contrast to the slow-moving drying zone, the cooling zone moves more rapidly. With the proper airflow (approximately 1 cubic meter per minute/ton or 1 cubic foot per minute/bushel), the cooling zone can be moved through grain in about 12 hours. Since the air absorbs w_{eq}-w_{s_c} moisture in the cooling zone, moisture is removed from the entire bed of grain during the cooling process. Although w_{eq}-w_{s_c} is relatively small and airflow is low, the cooling is repeated each day as air temperature fluctuates between its daytime high and nighttime low. Over a period of several days, considerable moisture will be removed from the wet grain above the drying zone.

EXPERIMENTAL PROCEDURE AND RESULTS

To investigate the decrease in moisture content of grain above a drying zone, a 30.5 centimeters diameter column was constructed of two 76 centimeters high sections, each containing a perforated floor at its lower end. After each section was filled with wet grain, the upper section was connected to the lower section with an airtight seal. The upper section contained the grain to be studied for moisture reduction by the passage of cooling zones. The grain in the lower section contained the conventional drying zone. As the drying front approached the upper section, the sections were taken apart and the partially dried grain in the lower section replaced with wet grain. This procedure permitted passing any number of cooling zones through the upper section while maintaining the drying zone within the lower section. Thermocouples were placed at intervals throughout the height of each section, and the entire column was encased in approximately 15 centimeters of insulation.

Maintaining a dewpoint temperature of about 8°C, air was supplied to the column at 27°C for a 12-hour heating period and at 10°C for a 12-hour cooling period. Abrupt cycling of the air temperature created a definite change in the temperature of the grain above the drying zone. After 11 days (fig. 3), the moisture content of the grain above the drying zone was reduced by about 2 percentage points.

In another test, a 24-hour timer was used to cycle the heat on a large bin dryer. A record of the air exhausting from the grain indicated a temperature difference of about 4°C was produced in the undried grain during each heating and cooling period. After 14 days, the moisture content of the corn above the drying front was reduced from its initial moisture (tabl. 1).

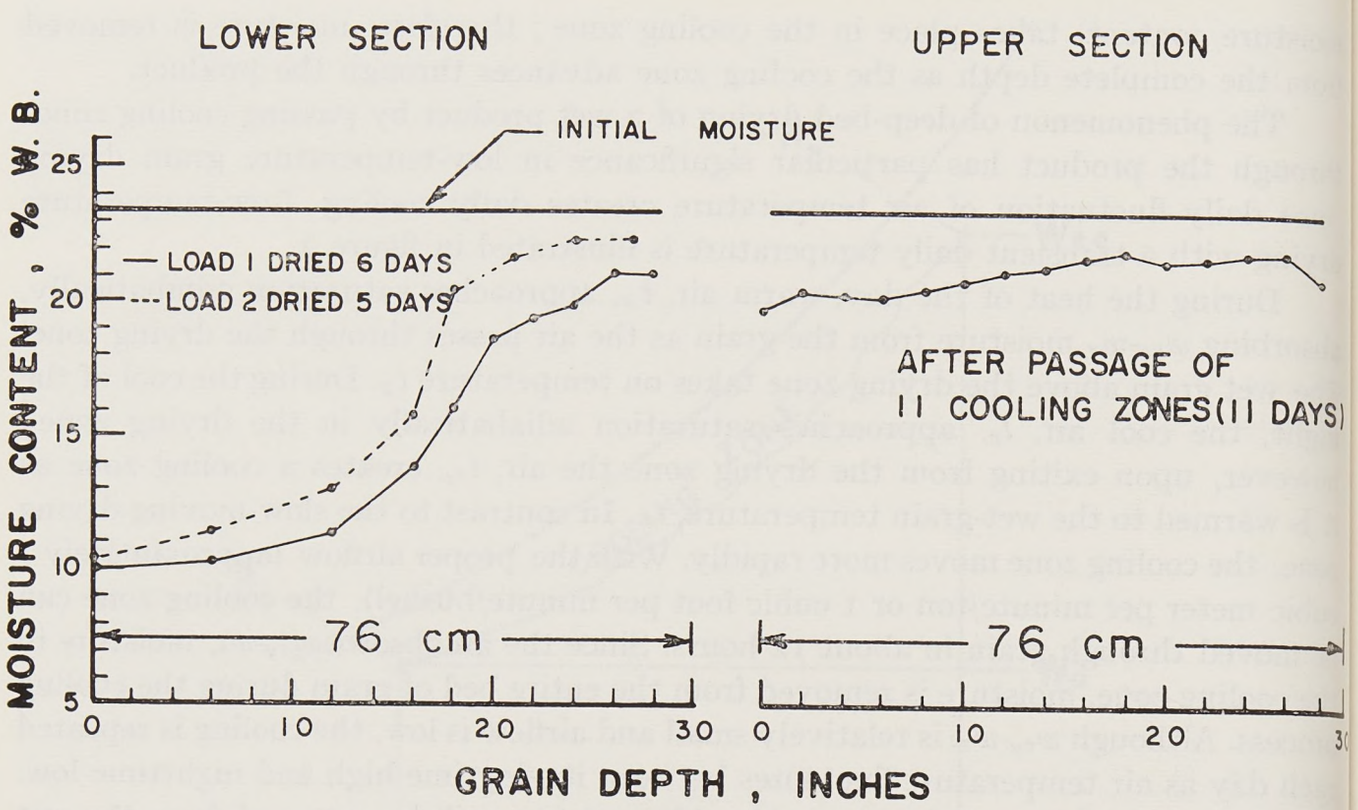


FIG. 3. — *Corn moisture content profile after 11 days resulting from an airflow of 1.5 cubic meter per minute/ton supplied alternately at 27°C and 10°C for 12-hour cycles, creating a temperature difference in the upper section of about 7°C*

TABLE I

Moisture content of shelled corn in an 8 meters diameter bin dried with 2 cubic meters of air per minute/ton having a 9°C temperature rise for 5 hour periods (9 a.m. to 2 p.m. and 9 p.m. to 2 a.m) *followed by 7 hour cooling periods* (2 p.m. to 9 p.m. and 2 a.m. to 9 a.m.)

Depth of grain meters	p. 100 moisture, wet basis	
	Oct. 27, 1972	Nov. 10, 1972
Surface	24.2	24.0
3.6	24.2	—
3.3	24.1	22.8
3.0	23.2	22.5
2.7	23.4	22.5
2.4	23.0	22.5
2.1	22.7	22.1
1.8	22.8	18.1
1.5	23.0	14.6
1.2	22.9	13.6
0.9	22.5	13.3
0.6	22.9	13.0
0.3	21.7	13.1
Floor	16.4	13.3

CONCLUSION

The amount of moisture removed from deep beds of grain as a result of cooling is a function of the change in air (grain) temperature. Therefore it is recommended that control devices, such as humidistats or thermostats, which tend to dampen daily temperature oscillations, not be used on low airflow deep bed grain drying systems. Furthermore, if heat is added, it should be added during the heat of the day when air temperature tends to be at its maximum.

RÉSUMÉ

SÉCHAGE DES GRAINS EN COUCHES PROFONDES PAR VENTILATION A BASSE TEMPERATURE ET FAIBLE DÉBIT D'AIR

Le séchage à basse température et faible débit d'air à l'intérieur du silo offre de grandes possibilités, puisqu'il permet de traiter en une fois une masse de grains correspondant au volume total du silo. La manutention des grains est réduite car le grain demeure dans le silo une fois le séchage terminé.

Le principal inconvénient du séchage en silo (dessèchement de la partie inférieure des couches profondes) est réduit à un minimum si l'on utilise un air porté à une humidité aussi proche que possible de celle que l'on désire obtenir pour le grain.

Chaque jour, du fait des variations journalières de la température de l'air, une partie de l'humidité disparaît de la masse de grains au moment du passage d'une zone refroidissante à travers les couches.

La chaleur accumulée par le grain pendant les heures chaudes de la journée est transférée à l'air plus froid de la nuit, accroissant la capacité de l'air à absorber l'humidité au fur et à mesure que la zone refroidissante progresse à travers le grain humide.

Le débit d'air fourni est d'un mètre cube à l'heure par tonne de grains, de façon à provoquer le passage d'une zone refroidissante ou réchauffante à travers une couche de grains en 12 heures environ, de manière à profiter des variations journalières de température de l'air. Pendant les quelques jours nécessaires au séchage, le refroidissement journalier enlève à chaque fois un peu d'humidité au-dessus de la zone en cours de séchage.

La diminution progressive du taux d'humidité de la masse totale de grains augmente le temps nécessaire au séchage complet.

Des essais de séchage réalisés au laboratoire avec de l'air à différentes températures ont confirmé cette perte d'humidité du grain au-dessus de la zone en cours de séchage. Des observations faites en Illinois, sur du maïs-grain soumis à un séchage à faible débit d'air à basse température, ont montré l'efficacité de cette méthode et c'est pourquoi elle a été adoptée par les producteurs de maïs aux États-Unis. Le chauffage de la plupart des installations est assuré par des résistances électriques.

Cette étude apporte également des renseignements susceptibles d'aider les utilisateurs dans le choix de l'équipement approprié pour le séchage du grain par cette méthode.

ZUSAMMENFASSUNG

TROCKNEN VON TÉEFEN GETREIDESCHICHTEN DURCH LANGSAMES. DURCHLEITEN WARMER LUFT

Die Trocknung mit niedrigen Temperaturen und schwachem Luftstrom in einem Getrei desilo macht es möglich, den ganzen Siloinhalt in einem Gang zu trocknen. Die Getreidehandhabenung wird dadurch sehr eingeschränkt, denn das Getreide bleibt nach der Trocknung im Silo.

Die Hanpteinwendung bei der Silotrocknung, d. h. Ubertrocknung der unteren Schichten wird auf das Mindeste herabgesetzt, da der Luftsrom so weit wie möglich mit dem gewünschten Endwassergehalt des Korns im Gleichgewicht ist. Jeden Tag wird dem Getreide durch die Passage kalter Luft, die durch die täglichen Temperaturschwankungen bedingt ist, ein Teil vom Wasser entzogen. Die vom Getreide während der wärmeren Stunden gespeicherte Hitze wird Nachts an die kältere Luft abgegeben und erhöht aud diese Weise die Absorbtionsfähigkeit der Luft, wenn der kühle Luftstrom durch das feuchte Getreide geht.

Auf diese Weise ist ein Luftstrom vom einem Kubikmeter pro Minute und pro Tonne Getreide vorhanden, der innerhalb von 12 Stunden einen kühlenden oder wärmenden Strom durch das Getreide schickt und somit die täglichen Schwankungen der Lufttemperatur ausnützt. Im Verlaufe der mehrtägigen Periode, die für die Kühlzone nötig ist, um durch das Korn zu fliessen, wird durch tägliches Kühlen überhalb der Trockenzone dem feuchten Korn Wasser entzogen.

Durch Laborversuche mit verschiedenen Eingangslufttemperaturen wurde ein steigender Wasserverlust überhalb der Trocknungszone nachgewiesen. Die in Illinois gemachten Beobachtungen bei Maistrocknung mit niedrigen Temperaturen und schwachem Luftstrom haben die Wirksamkeit dieser Methode nachgewiesen, und deshalb wurde dieses Verfahren in den Vereinigten Staaten generell von den Maisproduzenten angenommen. In den meisten Anlagen wird die Hitze durch elektrische Resistenzen produziert. Abschliessend werden Informationen über die angemessenen Wahl der Apparatur von Getreidetrocknern mit langsamer Durchleitung warmer Luft gegeben.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (3), 319-331.

MESURE DES PERTES DE PRESSION UNITAIRES DUES A L'ÉCOULEMENT UNIDIMENSIONNEL DE L'AIR AU TRAVERS DE LA MASSE GRANULAIRE

S. SROUR

C. N. E. E. M. A., parc de Tourvoie
92160 Antony (France)

RÉSUMÉ

L'application de la loi proposée par KOZENY-CARMAN pour les écoulements en milieu poreux est envisagée pour des grains et paraît assez bien vérifiée.

Les paramètres pratiques qui définissent le milieu sont le poids volumique, le poids spécifique en place, la teneur en eau, les dimensions et la forme des grains. Ils sont affectés de variations étendues, ce qui peut modifier de façon très importante la résistance à l'écoulement de l'air. Les expériences conduites par classes de dimensions permettent l'élimination de deux paramètres pratiques : la teneur en eau et la forme ; les paramètres restants permettent de déterminer les coefficients caractéristiques du milieu : porosité et surface spécifique. Les résultats obtenus sont utilisables pour le calcul prévisionnel des pertes de pression pour différents poids spécifiques en place et différentes teneurs en eau.

I. — INTRODUCTION

L'écoulement de l'air, en régime uniforme, à travers une masse de grain, donne lieu à une perte de pression ΔP par mètre de grain traversé qui peut être exprimée en fonction de la vitesse U_o de l'air à l'attaque du grain (JOUIN, RANTZ et SIMANTOV, 1959).

On constate trois régimes d'écoulement dont les domaines sont définis par un nombre de Reynolds Re (MUSCAT, 1937) ; la limite entre les deux domaines se situe à $1{,}5 < Re < 2{,}0$. Au-dessous de cette limite, le régime est laminaire ; au-dessus ($2 < Re < 20{,}0$) il s'établit un régime intermédiaire entre le régime laminaire et le régime turbulent.

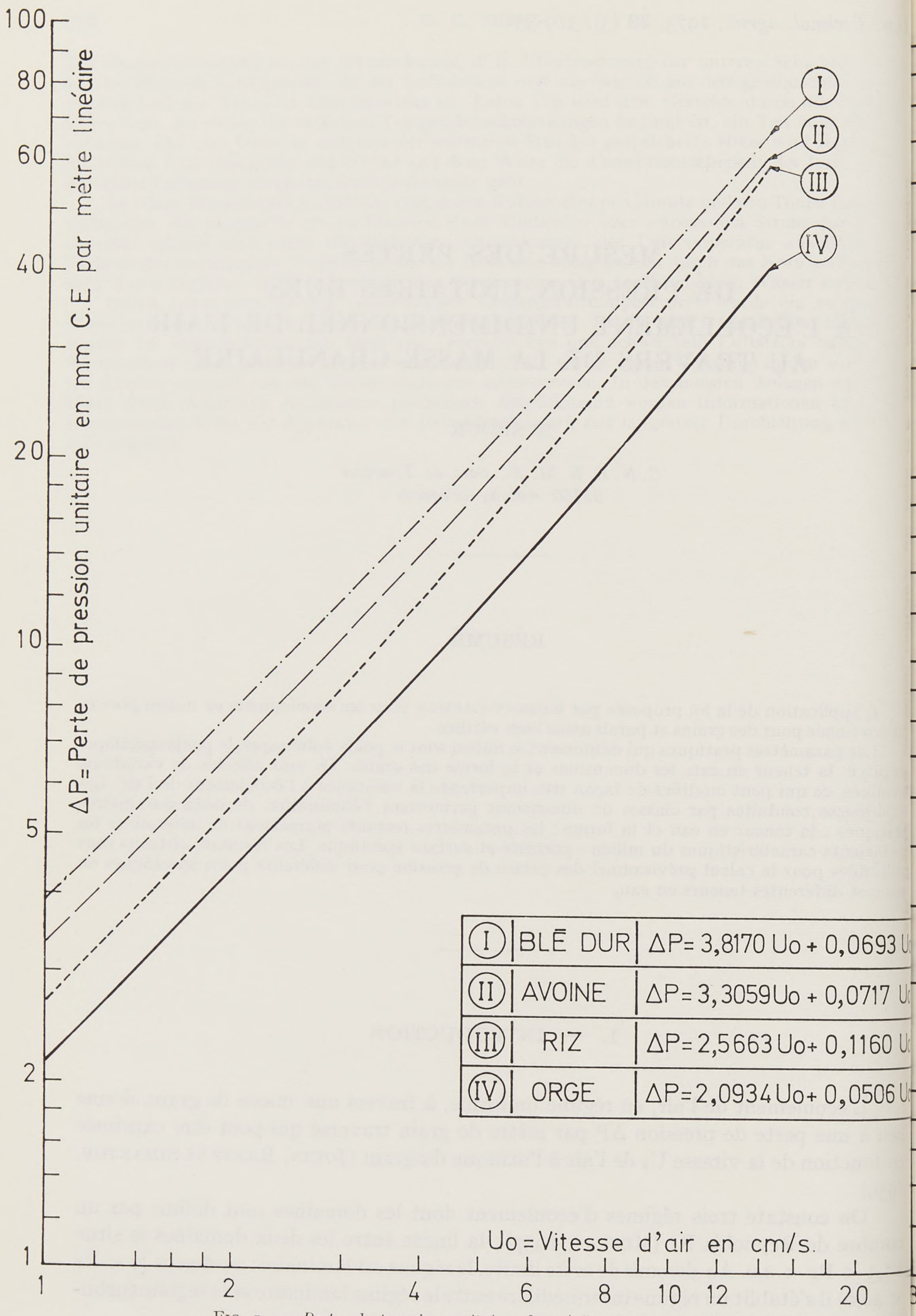
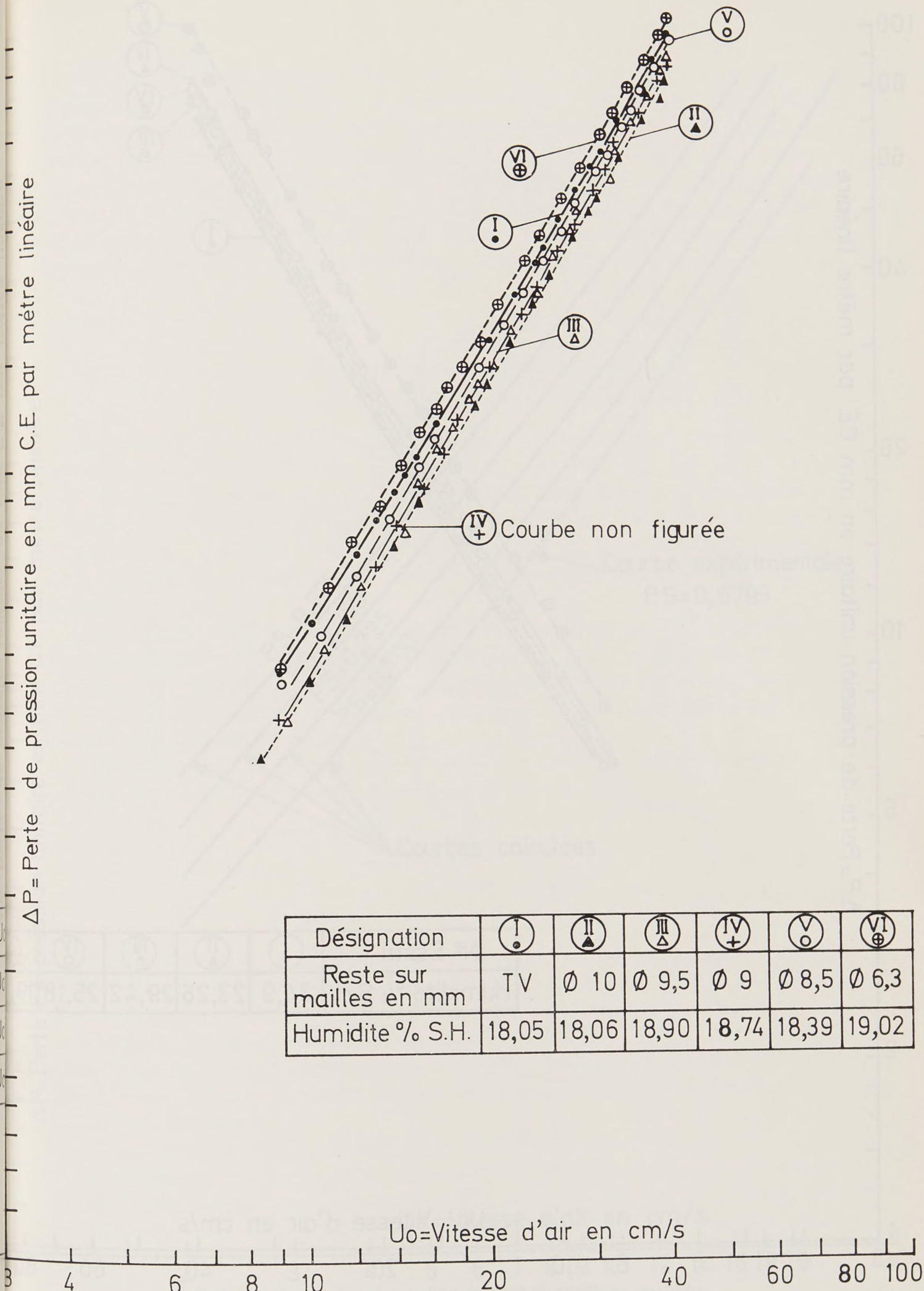


FIG. 1. — *Pertes de pression unitaires dues à l'écoulement unidimensionnel de l'air au travers de quatre types de graines*



Désignation	I	II	III	IV	V	VI
Reste sur mailles en mm	TV	Ø 10	Ø 9,5	Ø 9	Ø 8,5	Ø 6,3
Humidite % S.H.	18,05	18,06	18,90	18,74	18,39	19,02

FIG. 2. — *Pertes de pression unitaires dues à l'écoulement de l'air au travers du maïs en fonction des classes de calibrage et de la vitesse d'air Uo.*

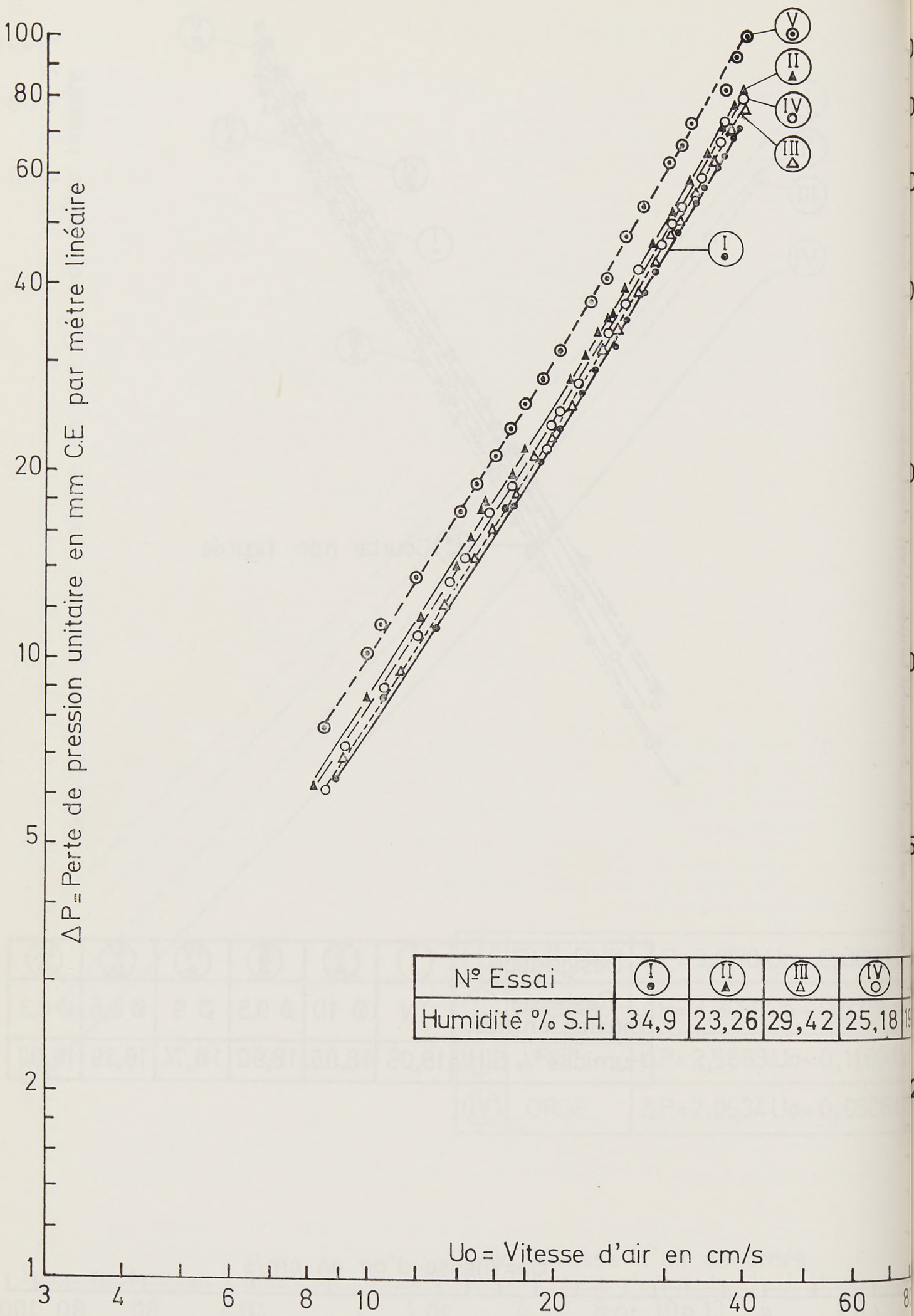


FIG. 3. — *Pertes de pression unitaires dues à l'écoulement de l'air au travers du maïs pour différentes humidités.*

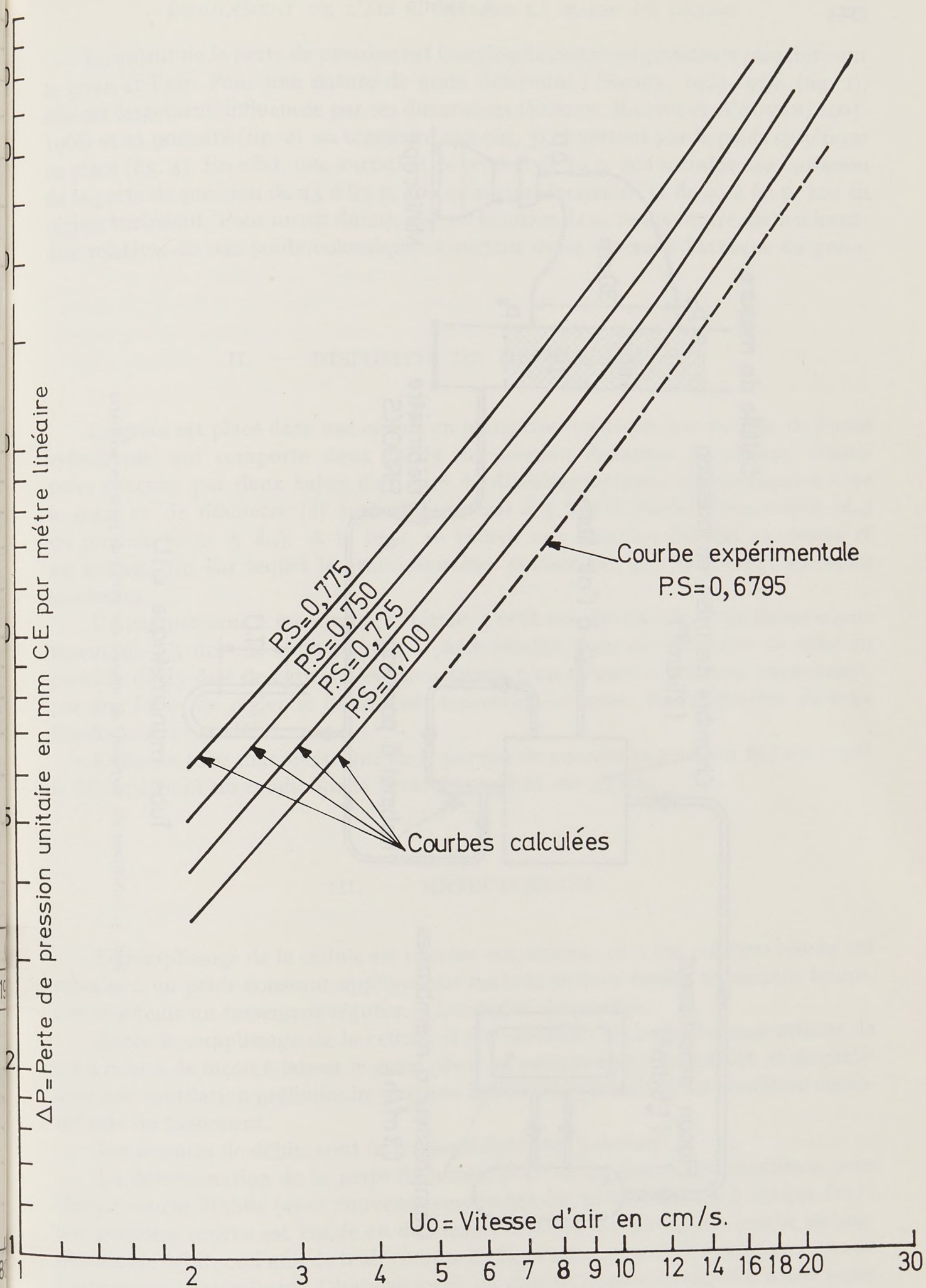


FIG. 4. — *Pertes de pression calculées pour du blé à 24,3 p. 100 S.H. et différent poids spécifiques en place.*

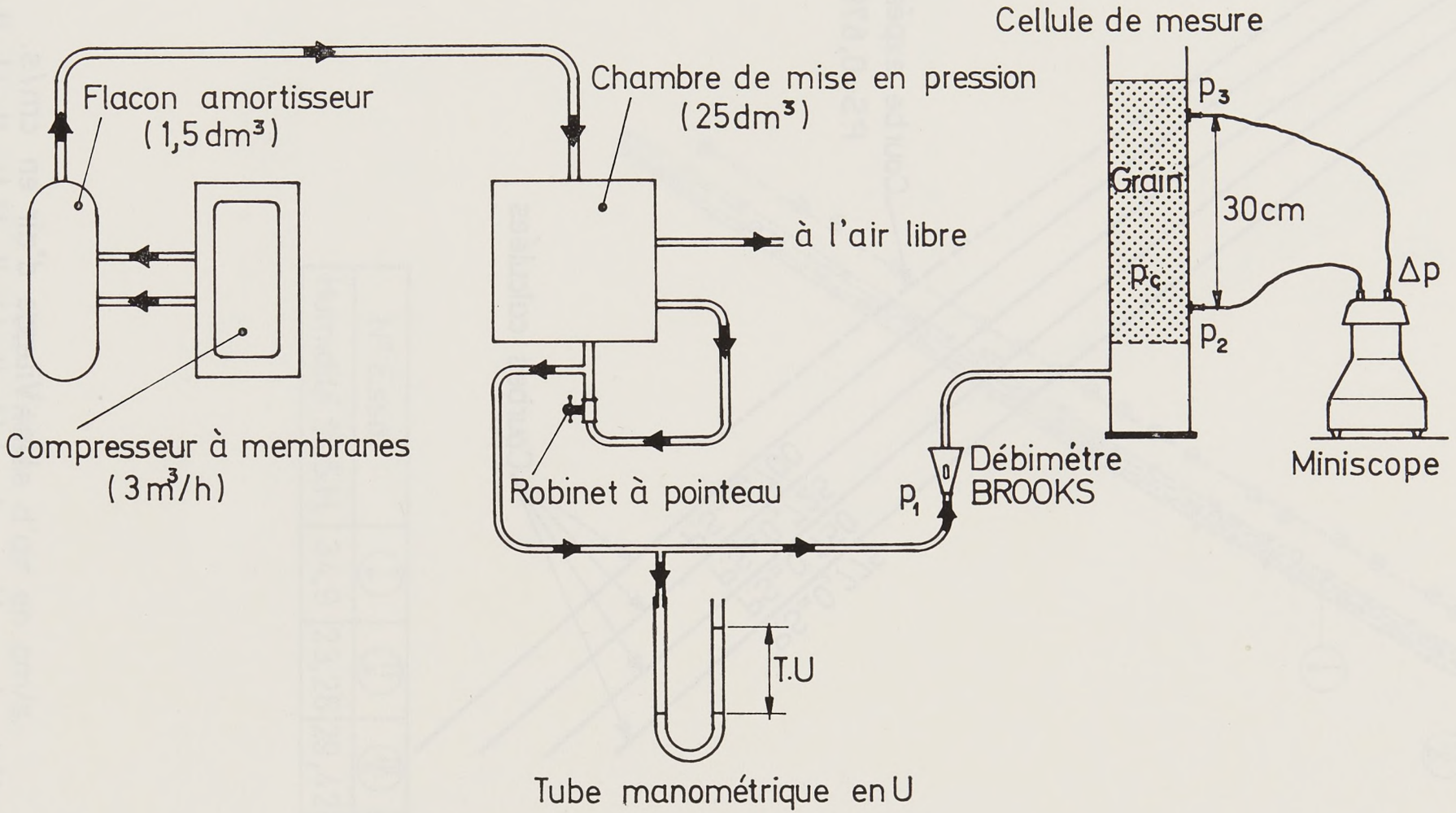


FIG. 5. —*Schéma du dispositif de mesure des pertes de pression unitaires*

La valeur de la perte de pression est fonction de certaines grandeurs caractérisant le grain et l'air. Pour une nature de grain déterminée (SROUR, 1969-1973) (fig. 1), elle est largement influencée par ses dimensions (FERLIN, MATTEI et N'GUYEN, 1965-1966) et sa porosité (fig. 2), sa teneur en eau (fig. 3) et surtout par le poids spécifique en place (fig. 4). En effet, une variation de celui-ci de 10 p. 100 entraîne une variation de la perte de pression de 45 à 65 p. 100 en régime laminaire et de 40 à 60 p. 100 en régime turbulent. Pour un air donné, elle est fonction de sa température, de son humidité relative, de son poids volumique et surtout de sa vitesse à l'attaque du grain.

II. — DISPOSITIF DE MESURE (fig. 5)

Le grain est placé dans une cellule en plexiglass constituée par un tube de forme cylindrique qui comporte deux prises de pression distantes de 30 cm, constituées chacune par deux tubes de 1 mm de diamètre intérieur communiquant avec le grain et de diamètre (d) supérieur ou égal à 5 fois le diamètre équivalent (d_{eq}) du produit ($d \geqslant 5\ d_{eq}$). A la base, se trouve une chambre de mise en charge et un grillage fin sur lequel le grain peut être entassé sur une hauteur de 42 cm au maximum.

Un compresseur à membrane débitant 3 m³/h insuffle l'air dans un flacon amortisseur de 1,5 dm³ de capacité. L'air passe ensuite dans une chambre de mise en pression de 25 dm³ de capacité environ munie d'un robinet à pointeau permettant, par une fuite, de régler le débit d'air traversant le grain. Un débitmètre du type Brooks mesure ce débit.

Enfin un tube manométrique en U permet de mesurer la pression de l'air avant le débitmètre et un miniscope la perte de pression sur 30 cm.

III. — MÉTHODOLOGIE

Le remplissage de la cellule est effectué par couches de 4 cm ; chaque couche est soumise à un poids constant appliqué sur toute la surface durant un certain temps, afin d'obtenir un tassement régulier et homogène du produit.

Après le remplissage de la cellule, il est nécessaire de respecter une attente de 3 à 4 heures de façon à laisser le grain effectuer son tassement immédiat, et de pratiquer une ventilation préliminaire destinée à mettre l'appareillage en condition concomitante du tassement.

Les mesures de débits sont faites par débitmètre à flotteur.

La détermination de la perte de pression ΔP donne lieu à une répétition pour chaque courbe établie (avec nouveau remplissage du tube de mesure à chaque fois) ; une première courbe est tracée en diminuant le débit, une deuxième courbe en augmentant le débit, ceci afin de tenir compte du léger tassement s'effectuant au cours de l'expérience. Par ailleurs, l'établissement de chaque courbe donne lieu à une pesée avant et après et à la mesure du tassement intervenu.

Les courbes établies (fig. 1, 2 et 3) sont chacune les moyennes des deux courbes déterminées, et les valeurs du poids spécifique sont elles aussi des moyennes.

Ce procédé pourrait apparaître erroné puisque nous n'opérons jamais sur le même grain, mais en réalité les différences expérimentales sont faibles et permettent de considérer comme valables les valeurs moyennes de deux mesures.

L'effet du tassement qui intervient en cours de mesure peut être important (tassement allant jusqu'à 3,5 mm pour du blé humide, correspondant à un volume de 1,5 cm^3) et il en résulterait des points expérimentaux qui, en fin de mesure, se trouveraient systématiquement au-dessus des points théoriques vrais.

Le fait d'opérer à vitesses décroissantes, puis croissantes, et de faire la moyenne des deux valeurs observées donne une courbe plus correcte, surtout si l'on prend pour poids spécifique en place la moyenne des poids spécifiques mesurés en tenant compte des deux demi-tassements.

IV. — PRINCIPE DES DÉBITMÈTRES BROOKS

Le débitmètre Brooks est du type à section variable, dans lequel le flotteur de mesure se déplace dans un tube conique en fonction directe du débit. La plus grande section de passage du fluide se trouve en haut du tube, le fluide mesuré traverse le tube de bas en haut et ressort par l'extrémité supérieure. Le flotteur monte ou descend dans le tube suivant les variations du débit, déterminant une surface annulaire variable. Il n'est stable que lorsque les forces de la pesanteur et les forces exercées par le fluide sont égales et s'annulent. Cet équilibre est obtenu pour une vitesse du fluide donnée. Le débit q étant fonction de la vitesse v et de la section de passage s ($q = sv$), il est aisé de déterminer, d'après la position du flotteur, connaissant la surface de la section annulaire, le débit réel passant dans l'appareil.

V. — CHOIX DU DÉBITMÈTRE

Deux types de débitmètres sont généralement utilisés : le R2 15 C et le R6 15 B. Pour chacun d'eux, il existe trois billes, de même diamètre mais de masse différente, qui permettent d'obtenir une gamme de débit d'air en fonction du type de graine.

Le choix de ces billes se fait au cours de l'expérience. Les matériaux entrant dans la composition de ces billes sont le verre pyrex, l'acier inoxydable 18 — 8 — Mo, et le tantale.

Le tube R2 15 C convient pour les graines relativement petites qui créent des pertes de charge importantes. Les débits obtenus varient de 0 à 12 l. Ce type de diamètre est utilisé pour les expériences sur le riz, le blé, l'orge, l'avoine, le colza, les graminées fourragères, etc...

Au contraire, le tube R6 15 B est à utiliser pour les grosses graines qui créent des pertes de charge plus faibles, ce qui nécessite des débits d'air plus élevés. Les débits possibles s'étendent de 3 à 80 l. Ce type de débitmètre sert à la détermination des

pertes de charge dans le maïs, le haricot, le tournesol, le café, l'arachide, le cacao, etc...

Des abaques donnent le débit d'air (q_o en l/mn) dans les différents tubes et pour chaque type de bille.

VI. — MESURES ET CALCULS EFFECTUÉS

La température de l'air attaquant le grain est relevée au moyen d'un appareil enregistreur amplificateur. Un psychomètre enregistre les températures sèche et humide de l'air durant l'expérience. Ces deux données permettent de déterminer, à partir du diagramme de l'air humide, le volume massique de l'air v et la teneur en eau de l'air W.

Le poids volumique de l'air ambiant ρ_{air} sera alors :

$$\rho_{air} = \frac{1 + W}{v}.$$

Pour les calculs ultérieurs, il est nécessaire de corriger toutes les mesures physiques à 21°C, 760 mm Hg.

ρ_{air} corrigé devient alors ρ_o avec

$$\rho_o = \rho_{air} \cdot \frac{T}{T_o} \cdot \frac{P_o}{P}$$

où $T_o = 273 + 21 = 294°K$;
T = température sèche de l'air ambiant en °K ;
$P_o = 760$ mm Hg ;
P = pression atmosphérique corrigée.

Pour les différents débits utilisés au cours de l'expérience, on lit sur un tube manométrique en U la surpression, exprimée en mm Hg, régnant dans le caisson. De même, on note la pression différentielle Δp enregistrée au miniscope entre le haut et le bas de la cellule.

Le débit q_o corrigé par le facteur $\sqrt{\frac{\rho_o}{\rho_r}}$ permet d'obtenir le débit réel q_r à la sortie du débitmètre :

$$q_r = q_o \sqrt{\frac{\rho_o}{\rho_r}} \qquad (q_r \text{ exprimé en l/mn})$$

où ρ_r est le poids volumique de l'air dans le débitmètre Brooks avec $\rho_r = \rho_o \cdot \frac{p_1}{P_o}$ et où p_1 est la pression de mesure avant le débitmètre.

La pression dans la cellule p_c est également déterminée : p_c = pression atmosphérique corrigée $+ \frac{1}{2} \Delta p$ (mm Hg).

Le poids volumique de l'air dans la cellule ρ_c est calculé :

$$\rho_c = \rho_o \cdot \frac{T_o}{T_c} \cdot \frac{p_c}{p_o}$$

où Tc est la température de l'air à l'attaque du grain (en °K).

Le débit d'air dans la cellule q_c est donné par la formule

$$q_c = q_r \sqrt{\frac{\rho_r}{\rho_c}} \qquad (q_c \text{ exprimé en l/mn}).$$

La vitesse de l'air à l'attaque du grain U_o (en cm/s) est calculée :

$$U_o = \frac{q_c}{s}$$

où q_c = débit d'air dans la cellule en cm³/s
s = section de la cellule en cm².

La perte de charge unitaire ΔP est mesurée sur un mètre linéaire :

$$\Delta P = \Delta_p \cdot \frac{100}{30} \qquad (\Delta P \text{ et } \Delta p \text{ sont exprimées en mm CE}).$$

VII. — RÉSULTATS

L'ensemble des résultats enregistrés ou calculés est relaté sous forme de tableau. Le tableau 1 représente les résultats d'un essai sur tournesol. Les pertes de charge unitaires (ΔP) sont ensuite portées sur papier « log, log » 2 modules en fonction des vitesses de l'air à l'attaque du grain (U_o).

VIII. — ÉQUATION DE L'ÉCOULEMENT ET DISCUSSION DES RÉSULTATS

Pour les besoins de l'essai, il est nécessaire de déterminer pour le grain le poids spécifique en place, le poids volumique, le poids de 1 000 grains, la teneur en eau.

La granulométrie des lots est effectuée au « tamisor » avec un poids de grains et un réglage toujours identiques.

Les courbes expérimentales étant tracées, on a cherché à appliquer l'équation de régression donnée par KOZENY-CARMAN (CARMAN, 1961), sous la forme :

$$\frac{\Delta P}{\rho_L} = \frac{k\gamma\,(1-\varepsilon)^2\,S_g^2}{g\varepsilon^3}\,U_o + \frac{h_\beta\,(1-\varepsilon)\,S_g}{g\varepsilon^3}\,U_o^2$$

où : ΔP est la perte de pression par mètre de produit en g_p/cm^2, c'est-à-dire en $10^{-1} \times$ mm CE ;
ρ est le poids volumique de l'air en g_p/cm^3 ;
L est la longueur correspondant à Δ_P en cm ;
k est une constante égale à 5 ;
γ est la viscosité cinématique de l'air en cm²/s, avec :

$$\gamma = 0{,}152\,(1 + (\theta - 20)\,0{,}006)\,\frac{760}{P}$$

et θ = température de l'air à l'attaque du grain (en °C).

ε est la porosité, volume des vides par unité de volume en place avec :

$$\varepsilon = 1 - \frac{PV}{PS},$$

où PS = poids spécifique en place du grain,
PV = poids volumique du grain,
S_g est la surface spécifique du produit (MART, 1958) en cm²/cm³ solide,
h_β est la constante de BURKE-PLUMMER,
g est l'accélération de la pesanteur, soit 981 cm/s²,
U_o est la vitesse de l'air à l'attaque du grain en cm/s rapportée à la section de mesure.

On peut, à partir de deux points convenablement choisis, déduire les valeurs correspondantes de S_g et h_β. Nous avons effectué ces calculs en tenant compte de la variation de γ et de ρ en fonction de la température et de la pression. Toutefois, il faut indiquer que l'équation de régression proposée paraît beaucoup plus valable pour un mélange de grains que pour des grains calibrés ; il semble alors que l'on se rapproche d'une loi du type BURKE-PLUMMER

$$\frac{\Delta P}{L} = k\, U_o^n \cdot S^{2-n} \cdot \mu^{2-n} \cdot \rho^{n-1} \frac{(1-\varepsilon)^{n+a-3}}{\varepsilon^{b+n}}$$

caractérisée par U_a^n, n étant à peu près constant dans la zone de mesure (de 9 à 40 cm/s). L'ajustement a été fait pour deux valeurs extrêmes de la courbe expérimentale, ce qui donne une faible erreur aux extrapolations.

Les calculs d'ajustement sont faits à partir des points expérimentaux en utilisant la méthode des moindres carrés.

Pour obtenir les vraies valeurs de S_g, soit S_g', il faut tenir compte d'une correction de paroi ; on peut écrire en effet, si V désigne le volume de la cellule correspondant à une hauteur h et de diamètre d :

$$V = S_g (1-\varepsilon) = V \cdot S_g' (1-\varepsilon) + \pi d h,$$

$$S_g = S_g' + \frac{\pi d h}{V(1-\varepsilon)} = S_g' + \frac{4}{d(1-\varepsilon)}.$$

En réalité, on effectue la demi-correction :

$$S_g' = S_g - \frac{2}{d(1-\varepsilon)}.$$

On peut essayer de constituer les rapports

$$K = \frac{S_o}{V_o^{2/3}} \qquad \text{et} \qquad S_g' = \frac{S_o}{V_o}$$

(rapport de la surface d'un grain à son volume). Le rapport K est intéressant à connaître ; il est en effet le moyen pratique d'accéder à la connaissance de S_g' à partir du poids de 1 000 grains.

On peut écrire, si l'on considère 1 cm de grain :

$$S_g' = \frac{S_o}{V_o} = \frac{S_o}{V_o^{2/3}} \cdot \frac{1}{V_o^{1/3}} = K \cdot V_o^{-1/3},$$

d'où

$$K = S'_g \cdot V_o^{1/3}.$$

K est une caractéristique de la forme du grain.

Ce rapport K présente une valeur sensiblement constante pour le grain calibré à humidité constante, mais est variable pour du grain tout venant à différentes humidités, ce qui est normal.

Un deuxième ajustement par la méthode des moindres carrés est alors effectué ; il donne les valeurs de S'_g, h_β et K.

IX. — PRÉVISION DES PERTES DE PRESSION UNITAIRES POUR DIFFÉRENTS POIDS SPÉCIFIQUES EN PLACE

Partant des résultats expérimentaux, il est possible de prévoir les pertes de pression unitaires pour différentes valeurs du poids spécifique, équations valables à défaut d'expérimentation directe, puisque nous avons vu que l'équation de KOZENY-CARMAN s'appliquait sensiblement pour les différentes humidités et que, par ailleurs, la valeur de cette méthode est confirmée en raison du peu d'écart qu'il y a entre les surfaces calculées et les surfaces mesurées. On utilisera de préférence les résultats donnés par la méthode des moindres carrés, car h_β présente alors une valeur plus constante.

Les équations de régression, pour le tournesol, sont les suivantes :

Poids spécifique		
400 kg/m³	$\Delta P = 1{,}069\,3\ U_o + 0{,}063\,2\ U_o^2$	
425 —	— = 1,408 5 — + 0,078 4 —	
450 —	— = 1,857 0 — + 0,097 6 —	
475 —	— = 2,453 4 — + 0,122 2 —	
500 —	— = 3,263 5 — + 0,154 4 —	

X. — CONCLUSION

La connaissance de la perte de pression unitaire due à l'écoulement de l'air au travers de la masse granulaire permet de calculer la pression totale d'un ventilateur. Rappelons que celle-ci est égale à la somme des pertes de pression dans le système de ventilation (canalisation, gaines, etc.), dans le grain, dues au passage de l'air de la gaine dans le grain.

Le choix et l'application de l'équation de KOZENY-CARMAN nécessitent la connaissance du poids spécifique en place du grain, de son poids volumique, de son humidité, de la vitesse de l'air à l'attaque du grain.

Connaissant ces données, on choisit l'équation ou la courbe adéquate.

La lecture du graphique doit se faire avec précision. Les résultats lus sont exprimés en mm CE par mètre linéaire. Il suffit de multiplier par la hauteur H de stockage dans la cellule pour obtenir les pertes de charge totales dans le grain.

SUMMARY

MEASUREMENT OF THE PRESSURE LOSSES DUE TO UNIDIMENSIONAL AIRFLOW THROUGH THE GRAINS

Application of the law proposed by KOZENY-CARMAN concerning flow in porous media is considered in the case of stored grain and seems to apply fairly accurately.

The practical parameters by which the media are defined are specific weight, test weight, moisture content, dimensions and shape of the grains.

These parameters are affected by wide variations which in turn may cause important alterations of the resistance to the air-flow. Experiences conducted according to dimensions permit to eliminate two practical parameters, moisture content and shape.

The other parameters permit the determination of characteristic coefficients of the media : porosity and specific surface. Results thus obtained may be used for the anticipating computation of pressure losses, for different test weights and moisture contents.

ZUSAMMENFASSUNG

DIE SPEZIFISCHE DRUCKVERLUSTMESSUNG DER EINDIMENSIONALEN LUFTSTRÖMUNG DURCH DIE KÖRNERMASSE

Das KOZENY-CARMANN-Gesetz über die Strömungen in pörösen Mitteln wurde in einer Körnermasse angewandt und bewertet.

Dabei sind folgende praktische Parameter entscheidend, Volumengewicht, spezifisches Gewich Wassergehalt, Grösse und Form der Körner. Da diese Parameter sehr hohen Schwankungen unterliegen, werden die Druckverluste auch sehr beeinflusst. Die Versuche wurden nach Grössenklassen durchgeführt. Dadurch konnte man zwei praktische Parameter ausschalten : den Wassergehalt und die Form. Nach den bleibenden Parametern können die charakteristischen Koeffizienten des Milieus bestimmt werden : Porosität und spezifische Oberfläche. Die erhaltenen Ergebnisse können zur Vorausberechnung der Druckverluste für verschiedene spezifische Gewichte und für verschiedene Wassergehalte eingesetzt werden.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

CARMAN P. C., 1961. *L'écoulement des gaz à travers les milieux poreux.* Presses universitaires de France, Paris.

FERLIN J., MATTEI J. N., N'GUYEN P., 1965-1966. *Perte de pression unitaire due à l'écoulement unidimensionnel d'air au travers de grain : maïs, blé tendre, blé dur.* Compte rendu d'expérience C. N. E. E. M. A., Antony.

HART J. R., 1958. A method for the determination of the surface aera of wheat kernels. *Cereal Chem.*, **35** (16), 395-399.

JOUIN C., RANT J., SIMANTOV D., 1959. *Résultats d'une expérimentation partielle au C. N. E. E. M. A. sur l'écoulement de l'air en régime uniforme à travers une couche de grain.* Étude C. N. E. E. M. A., Antony.

MUSCAT M., 1937. *Flow of homogeneous fluids through porous media.* Mc Graw-Hill, New York.

SROUR S., 1969-1973. *Mesure des pertes de pression unitaires dues à l'écoulement unidimensionnel de l'air au travers de : ail, arachide, avoine, blé dur, blé tendre, cacao, café, colza, gland de chêne-liège, graines fourragères (fétuque élevée, sainfoin, trèfle blanc, trèfle violet, vesce commune), haricot, lentille, maïs, noix, orge, pois, riz, sorgho, tournesol.* Documents internes C. N. E. E. M. A., Antony.

SECTION III

- ÉVOLUTION BIOCHIMIQUE DES GRAINS PENDANT LA CONSERVATION : TESTS D'ALTÉRATION.
- BIOCHEMICAL CHANGE OF GRAINS DURING STORAGE : TESTS OF ALTERATION.
- BIOCHEMISCHE VERANDERUNGEN DES GETREIDES WAHREND DER LAGERUNG : BESCHADIGUNGSTEST.

Sous la présidence

de

M. HUSTIU (Roumanie)
et M. PETIT (France)

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (3), 335-350.

DÉTERMINATION DE L'APTITUDE DES GRAINS A L'UTILISATION IMMÉDIATE ET AU STOCKAGE

J.-L. MULTON, E. TRENTESAUX* et A. GUILBOT

Station de Biochimie et de Physico-Chimie des Céréales
au C. E. R. D. I. A., I. N. R. A.,
91350 Massy (France)

** Ets Panzani, Semoulerie de Bellevue*
131, Avenue Corot,
13013 Marseille (France)

RÉSUMÉ

Après un bref rappel des différents éléments qui permettent de mieux dégager les problèmes d'altération des grains après la récolte — caractéristiques spécifiques des grains, modes d'altérations, facteurs du milieu qui les conditionnent — les auteurs tentent de définir l'état sanitaire du grain.

Sous ce concept, il convient de distinguer :

— des caractéristiques relatives à la qualité alimentaire (valeur nutritionnelle, caractères organoleptiques, innocuité) ;
— des caractéristiques d'aptitude à une utilisation ou une transformation industrielle donnée ;
— la capacité pour le grain de conserver ces caractéristiques en fonction du temps dans des conditions déterminées de stockage.

L'appréciation de cet état sanitaire et de cette valeur d'utilisation immédiate ou potentielle nécessite l'établissement de corrélations entre ces caractéristiques globales et une ou plusieurs propriétés du grain dont la mesure soit suffisamment rapide et facile.

Une revue et un essai de classement des principaux tests existants ou en cours de développement pour apprécier l'aptitude à l'utilisation immédiate et au stockage sont présentés.

Les critères de choix et les problèmes de normalisation posés par ces tests sont examinés sur quelques exemples.

I. — INTRODUCTION

L'évolution économique récente du secteur de la conservation céréalière, au moins dans les pays de haut niveau de vie, est caractérisée par une industrialisation de plus en plus développée, ce qui se traduit entre autres par une concentration

accrue des silos dont le nombre total diminue, cependant que leur capacité moyenne augmente (ANONYME, 1973).

Par ailleurs, l'amélioration des rendements culturaux fait que la quantité de céréales collectées, c'est-à-dire stockées, est en augmentation rapide ; en France par exemple, elle est passée de 11 millions de tonnes métriques en 1959-1960 à 26 millions en 1971-1972 (45 millions prévues en 1980). Cette augmentation, surtout due à l'extension de la culture du maïs vers des zones climatiques plus humides, provoque un afflux de céréales humides, ce qui a créé de nouveaux problèmes de séchage et de stockage.

Enfin, l'emploi généralisé de la moissonneuse-batteuse a complètement bouleversé la physionomie du stockage, la durée totale de la récolte se trouvant très raccourcie ; il en résulte pendant quelques semaines, chez les organismes stockeurs, un afflux instantané de grains tel qu'il provoque un goulot d'étranglement au niveau de la réception, même si la capacité globale de stockage a beaucoup augmenté, comme c'est le cas en France, où elle est passée de 5,4 millions de tonnes en 1960 à 14,9 millions de tonnes en 1972 (186 p. 100), le coefficient de rotation (rapport du poids collecté au poids total stockable) diminuant légèrement : 1,70 à 1,60.

Dans ces conditions, il est bien clair que la stratégie du stockage ne peut plus être laissée au hasard. Les grains à leur arrivée au silo doivent être testés et classés. Ceux dont l'état sanitaire est médiocre doivent être dirigés vers une utilisation immédiate. Les autres, en fonction de leur état et de leurs aptitudes technologiques, doivent être traités et stockés de manière adaptée. La réalisation de ceci, bien que partielle, est déjà largement amorcée dans le cadre du classement des céréales en classes et grades tel qu'il est défini en France par l'O. N. I. C. (Office national interprofessionnel des Céréales). Pour rendre ce classement à la fois plus précis et plus efficace, ce qui est la voie de l'avenir, il est nécessaire de pouvoir disposer d'un ensemble de méthodes permettant d'apprécier l'aptitude des grains au stockage.

A côté de cela, il ne faut pas perdre de vue les problèmes particuliers qui se posent dans les pays en voie de développement, où l'équipement de stockage est encore pratiquement inexistant, et où la difficulté n'est pas tant d'apprécier l'aptitude à l'entreposage que de déceler à temps et de combattre les causes d'altérations (HALL, 1970).

Tout ceci souligne l'importance qu'il y a à disposer d'un ensemble de tests et de méthodes cohérentes ; leur choix nécessite de connaître les voies de l'altération et de définir ce qu'est l'état sanitaire du grain ; nous traiterons donc ces points avant de présenter un classement des tests d'aptitude et la stratégie de leur emploi.

II. — LES PROBLÈMES GÉNÉRAUX DE L'ALTÉRATION DES GRAINS APRÈS LA RÉCOLTE ET LES TESTS QU'ILS SUGGÈRENT

Nous ne ferons que rappeler sommairement le mécanisme général de l'altération des grains plus largement développé par ailleurs (MULTON, POISSON et GUILBOT, 1969), en ne retenant que les éléments essentiels nécessaires à la définition des tests

d'aptitude. Sur la figure 1, nous essayons de schématiser ces mécanismes en distinguant, d'une part les causes d'altérations, éléments intérieurs ou extérieurs au produit et pouvant provoquer sa dégradation, d'autre part les facteurs du milieu qui conditionnent l'activité des causes d'altération.

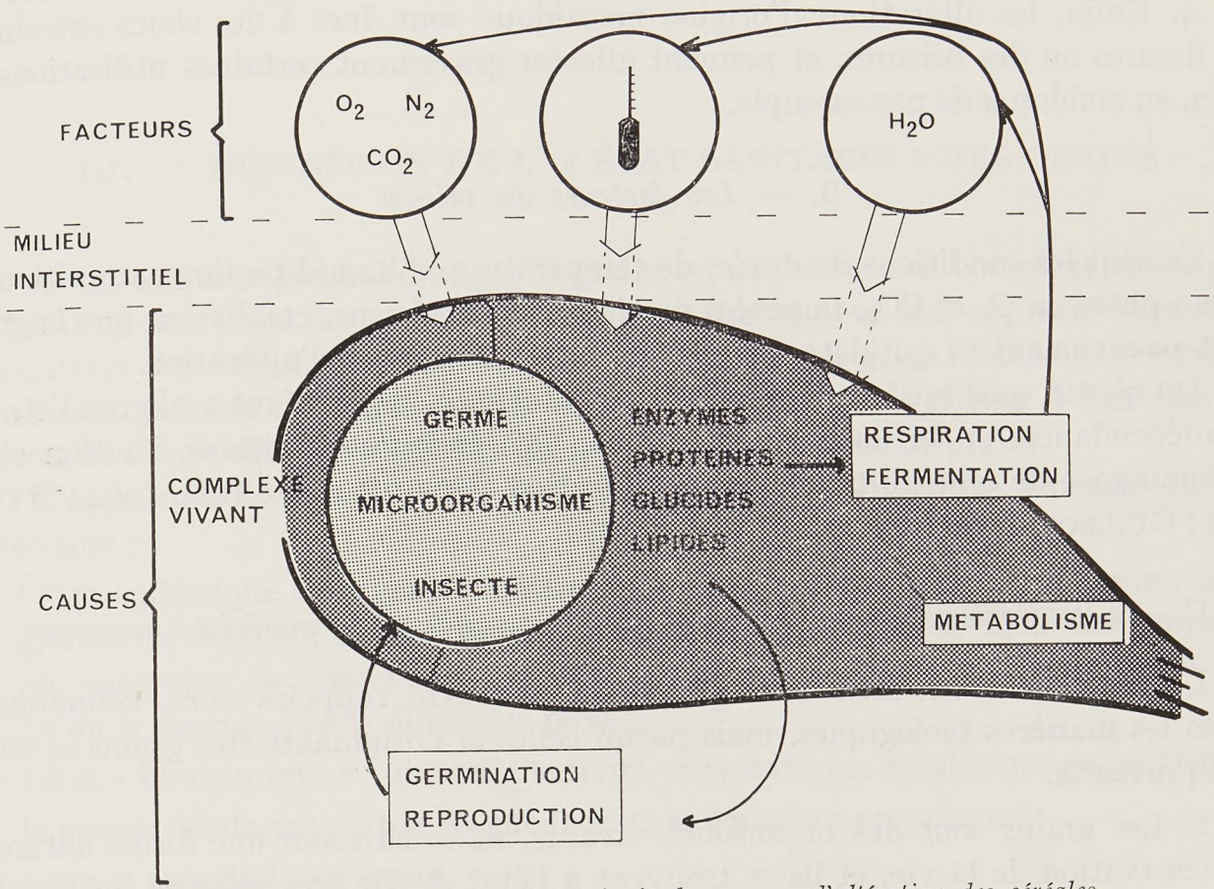


FIG. 1. — *Schéma résumant les principales causes d'altération des céréales et les facteurs qui conditionnent leur activité*

A. — *Les causes d'altération*

Elles se répartissent en quatre groupes principaux.

1. Les altérations d'origine biologique sont dues à des êtres vivants (rongeurs, oiseaux, insectes, acariens, micro-organismes).

Les animaux prédateurs et les micro-organismes sont une cause d'altération très grave par la consommation qu'ils font des denrées, par les souillures diverses et les contaminations (germes pathogènes) dont ils sont les vecteurs privilégiés, par la libération de substances nouvelles dans les grains (enzymes, toxines) et enfin par la libération d'eau et de chaleur, résultat normal de leur métabolisme et dont l'accumulation accélère les processus d'altération.

Même lorsque leur activité est très réduite, la seule présence de quelques animaux prédateurs ou de micro-organismes constitue un risque potentiel très grave, car, placés dans des conditions de milieu favorable, leur croissance peut être extrêmement rapide. C'est pourquoi les pays importateurs de céréales sont, avec raison, très exigeants sur ce point : il y a donc là, pour les pays exportateurs, un problème important à envisager et qui a peut-être été un peu sous-estimé en France.

2. Les altérations d'origine enzymatiques sont dues aux enzymes propres du grain ; ce sont surtout des hydrolases : protéase, lipase, amylase, glucosidase, qui vont tendre à dégrader les réserves biochimiques du grain.

3. Les altérations d'origine biochimique et chimique sont très variées, et nous citerons surtout les réactions de Maillard, la dénaturation des protéines, la dégradation de structure de l'amidon et la destruction des vitamines, toutes altérations qui se produisent à des températures assez élevées, au cours du séchage par exemple.

4. Enfin, les altérations d'origine mécanique sont dues à des chocs entraînant des fissures ou des brisures, et peuvent affecter gravement certaines utilisations du grain, en amidonnerie par exemple.

B. — *Les facteurs du milieu*

Ce sont les conditions de durée, de température, d'humidité, de composition de l'atmosphère en O_2 et CO_2, imposées par le milieu extérieur, conditions que le grain subit passivement et qui déterminent l'activité des causes d'altération.

Du niveau qualitatif et quantitatif de ces facteurs, dont il faut souligner l'étroite interdépendance, et de leurs combinaisons, va dépendre la vitesse d'action et la prédominance de telle ou telle cause d'altération (BURGES et BURREL, 1964 ; HYDE, 1965 ; GUILBOT, DRAPRON et MULTON, 1972).

C. — *Les caractéristiques spécifiques des grains, en tant que matériel à conserver*

Les mécanismes d'altération qui viennent d'être rappelés sont communs à toutes les matières biologiques, mais parmi celles-ci l'originalité des grains se situe à cinq niveaux.

1. Les grains sont des organismes vivants, ils constituent une forme naturelle de préservation de la vie, et ils se trouvent à l'état de vie très ralentie, néanmoins ils respirent et sont toujours prêts à accélérer leur rythme vital. Les manifestations vitales essentielles en sont les phénomènes d'oxydation en aérobiose, de fermentation en anaérobiose et de germination.

2. Une microflore importante et caractéristique accompagne normalement le grain. Cette microflore est à caractère xérophile et cosmopolite ; elle appartient à de très nombreux genres de bactéries, de moisissures, de levures et même d'actinomycètes. Au moment de la moisson, la composition quantitative et qualitative de la flore dépend surtout des facteurs écologiques. Les opérations de manutention auxquelles les grains sont soumis augmentent ensuite le peuplement microbien par mélange avec des poussières (CHRISTENSEN et KAUFMANN, 1969).

3. Les grains présentent certaines propriétés physiques importante pour la conservation. Les plus remarquables sont celles qui ont trait aux équilibres hydriques et thermiques.

Les grains constituent une masse granulaire avec un volume d'air interstitiel très important, environ 40 p. 100 du volume total apparent ; cette masse d'air interstitiel tend à se mettre en équilibre de température et de pression gazeuse avec les grains (équilibre d'adsorption de vapeur d'eau et de gaz carbonique) ;

La conductibilité thermique des grains est très faible, ce qui entraîne une accumulation rapide des calories produites par les phénomènes vitaux.

4. La nécessité technologique de préserver pendant l'entreposage certaines propriétés nécessaires aux transformations ultérieures (par exemple l'activité amylasique

et l'intégrité des protéines, indispensables en panification) limite considérablement la gamme des traitements de conservation utilisables.

Ayant décrit les voies de l'altération, il faut maintenant essayer de définir l'« état sanitaire d'un grain » et c'est à travers cette définition que l'on pourra essayer de classer les tests.

III. — DÉFINITION DE L' « ÉTAT SANITAIRE » DES GRAINS

L'état sanitaire général d'un lot de grains est une résultante complexe, descriptive de l'état de santé réel des grains. Cet état sanitaire ne peut être apprécié que grâce à des critères objectifs, le plus souvent difficiles à choisir, le grain n'étant pas en mesure d'indiquer, comme l'animal, d'où il souffre. De plus, cette notion d'état sanitaire est très relative ; elle dépend de l'usage que l'on compte faire du grain.

L'appréciation objective de l'état sanitaire d'un lot de grains nécessite que l'on détermine :

— l'état « physique » du grain : teneur en eau, température, propreté (grains cassés, graines étrangères), masse volumique ; cela correspond assez bien aux propriétés retenues pour le classement des grains dits « sains, loyaux et marchands » tel qu'on le pratique dans différents pays ;

— l'état « biochimique » : niveau d'activité enzymatique, amylasique en particulier ;

— le niveau d'infestation par les prédateurs et les micro-organismes ;

— enfin la « qualité » du grain.

Cette notion de qualité est difficile à définir. Elle ne présente en soi aucun sens précis ; l'un d'entre nous (Guilbot, 1969) a distingué récemment, s'agissant des grains, au moins trois aspects différents : la qualité alimentaire, la qualité technologique et l'aptitude à la production, dont seuls les deux premiers nous intéressent ici.

La qualité alimentaire recouvre elle-même des aspects divers. Au plan alimentaire, c'est sans doute l'innocuité, c'est-à-dire l'absence de produit toxique, qui constitue l'impératif le plus absolu, quelle que soit l'utilisation ultérieure, nutrition humaine ou animale, du grain. Il convient donc de vérifier l'absence de toxine produite par des moisissures ou des bactéries, de résidus de pesticides, de substances formées au cours des traitements thermiques.

En ce qui concerne la valeur nutritionnelle, au contraire, il faut distinguer selon l'utilisation. Destinés à l'alimentation humaine dans les pays à haut niveau de vie, la valeur nutritionnelle proprement dite est relativement secondaire (les produits à base de céréales ne constituent qu'une fraction des sources d'énergie, dont les déficiences — calcium, lysine — sont corrigées par ailleurs), cependant que les caractères organoleptiques (goût, odeur, couleur, texture) sont très importants, notamment pour le pain. Il en va un peu différemment dans les pays en voie de développement où la valeur nutritionnelle est primordiale. Il en va tout autrement en alimentation animale où les céréales constituent de plus en plus un constituant énergétique et une source de protéines.

La qualité technologique représente l'aptitude de la matière première à fournir un produit fini offrant des caractéristiques déterminées.

A ce point de vue, on formule habituellement peu d'exigences pour les céréales destinées à l'alimentation animale, bien que cette situation risque d'évoluer rapidement. Par contre, les principales industries utilisatrices de céréales — meunerie, panification, biscuiterie, biscotterie, pâtes alimentaires, semoulerie, rizerie, maizerie, amidonnerie, brasserie, produits de régime, snacks — formulent chacune des exigences particulières, souvent incompatibles entre elles. Cet état de fait conduit bien évidemment à définir des tests d'aptitudes technologiques spécifiques de chaque utilisation.

Les exigences technologiques, de plus, varient pour une même industrie, d'un pays à l'autre et même d'une région à une autre : on connaît les différences existant entre les types de pain ; ce fait rend difficile la définition de tests normalisés.

Il faut en outre ne pas perdre de vue que l'état sanitaire du grain ainsi défini est une notion évolutive, et à ce point de vue il faut distinguer :

— l'état sanitaire instantané, correspondant aux manifestations d'altération présentées par le lot de grains ; il représente, en fait, la valeur du potentiel d'utilisation immédiate du grain, pour une technologie donnée, et dépend pour une large part de l'histoire antérieure du grain ;

— l'état sanitaire prospectif, qui représente le risque potentiel d'altération du lot, pour une durée de stockage donnée, en vue d'une utilisation bien définie ; il intègre l'état actuel du grain, les causes d'altérations existantes dans le grain (état de la microflore, par exemple) et les caractéristiques des facteurs du milieu qui vont conditionner l'activité des causes d'altération (teneur en eau, par exemple) ; il intègre également les possibilités d'intervention que l'on a (séchage par exemple) et se trouve donc lié à l'équipement disponible et à la politique économique en vigueur.

IV. — LA STRATÉGIE DE L'APPRÉCIATION DE L'APTITUDE A L'UTILISATION IMMÉDIATE ET AU STOCKAGE

On conçoit que pour définir parfaitement l'état sanitaire d'un lot de grains il faudrait analyser tous les effets des altérations subies ; ceux-ci étant trop nombreux pour être tous systématiquement étudiés, il faut faire des choix et retenir ceux qui sont les plus représentatifs pour une utilisation donnée.

Nous essayerons tout d'abord de faire un classement par objectif puis de définir ce qui peut guider les choix stratégiques de l'utilisateur, pour terminer en montrant la nécessité de la normalisation et de la concertation dans ce domaine si l'on veut aboutir à des systèmes cohérents.

A. — *Les critères d'altération*

Les critères d'altération (et les méthodes analytiques correspondantes) que nous allons passer en revue sont notamment ceux qui se sont dégagés comme étant parmi les plus intéressants lors de l'analyse des réponses faites à une enquête réalisée dans le

cadre du groupe de travail n° 27 de l'I. C. C. (Association internationale de Chimie céréalière) : « Appréciation de l'état sanitaire des céréales et de leur aptitude à la conservation » (MULTON, LECOURBE et GUILBOT, 1968).

1. *Tests d'état physique des grains.*

Un grand nombre de méthodes analytiques permettent d'apprécier l'état physique du grain.

Ce sont principalement, et sans que cette liste soit exhaustive, la mesure de la masse spécifique (poids à l'hectolitre), de la teneur en eau, de la température, du taux d'impuretés diverses ou « besatz » (matières inertes, balles, grains avariés, graines étrangères, fragments d'insectes, ergot, grains cariés ou boutés), du taux de grains germés, cassés, échaudés, colorés, mouchetés, mitadinés. Le seuil d'acceptabilité de ces différentes mesures est fixé en France chaque année par l'O. N. I. C. dans le cadre du « grading » des blés (seuils définis chaque année dans les circulaires de l'O. N. I. C. sur le classement des blés). De nombreux auteurs soulignent d'ailleurs l'intérêt économique qu'il y a à rendre ces seuils de plus en plus sévères, pour une politique d'exportation dynamique (MARTIN, 1968 ; GUILBOT, 1969).

Parmi toutes ces mesures, le dosage de l'eau mérite une particulière attention, du fait que les céréales sont récoltées de plus en plus humides et en raison de l'impact économique de ce dosage qui conditionne le prix commercial des céréales.

Le problème du dosage de l'eau se pose à deux niveaux différents. D'une part, au laboratoire, il faut disposer pour la recherche et l'expertise de méthodes d'analyses fines, exactes, reproductibles ; nous avons largement participé (GUILBOT, 1964 ; GUILBOT, MULTON, MARTIN, 1973), notamment à travers l'I. C. C. et l'I. S. O. (International Standardization Organization) à l'élaboration de méthodes de référence normalisées pour les céréales (MULTON, GUILBOT, 1971). D'autre part, au niveau de l'organisme collecteur, il est nécessaire d'avoir des méthodes rapides, automatiques, étalonnées par rapport aux précédentes ; les appareils utilisés pour la commercialisation des céréales doivent être peu fragiles et doivent, pour être agréés, répondre à certaines normes de précision et de répétabilité, qui viennent d'être fixées en France par un décret ministériel (décret n° 73-330 du 15 mars 1973). Le rôle de l'I. C. C. dans ce domaine (GUILBOT, MULTON, MARTIN, 1971) consiste à définir un protocole standard d'étalonnage utilisable quels que soient le type d'appareil et le lieu d'utilisation.

Mais dans ce domaine du dosage de l'eau, il faut maintenant aller plus loin et élaborer des méthodes de dosage « grain par grain », afin d'établir la distribution des teneurs en eau dans une population de grains. Cette mesure nous paraît très importante ; en effet l'altération (microbienne et enzymatique) va naître et s'étendre autour de foyers privilégiés que constituent les zones les plus humides, lorsque l'eau est répartie de façon hétérogène dans la masse des grains ; ce phénomène se produit en particulier après l'utilisation de séchoirs mal conçus (zone de sur-séchage et de sous-séchage) ou lorsque des grains secs et des grains humides sont volontairement mélangés pour obtenir une teneur en eau moyenne. Une méthode de dosage grain par grain doit permettre de déceler et d'éviter des hétérogénéités trop importantes et préjudiciables à une bonne conservation. Plusieurs auteurs (OXLEY, 1948 ; HOLADAY, 1964 ; HART, 1967) ont abordé ce problème, et nous mêmes y travaillons à l'heure actuelle.

2. *Tests de détection des causes d'altération présentes.*

Ce sont des tests utiles surtout pour la recherche en laboratoire des causes et des mécanismes de l'altération, mais qui, dans la mesure où le mode opératoire peut être simplifié, présentent un intérêt pratique évident pour la détection des causes d'altération présentes dans un lot de grains.

On peut distinguer :

a) des tests globaux, qui traduisent l'état général du grain et dont les principaux sont :

— l'appréciation de l'activité respiratoire par la mesure de la vitesse initiale de germination ou par la mesure du CO_2 dégagé ;

— l'évaluation de la viabilité du grain avec la mesure de la capacité ou de l'énergie germinative (CIENSKA, 1973), ou avec la mesure du « temps moyen de germination » proposée par nous-mêmes (MULTON, LECOURBE, GUILBOT, 1968 ; MULTON, TRENTESAUX, GUILBOT, 1972).

b) des tests traduisant un aspect particulier de l'altération, parmi lesquels on peut citer :

— les méthodes de détection de l'infestation par des insectes (décompte des grains troués, perte de masse, souillures, rayons X) ;

— les méthodes microbiologiques, tant qualitatives que quantitatives ;

— la mesure d'une activité enzymatique extractible du grain : activité amylasique (test du temps de chute Hagberg), protéolytique, lipasique et lipoxygénasique ; l'intérêt respectif de l'étude des activités de l'acide glutamique décarboxylase et de la ribonucléase est discuté par SLUSANSCHI *et al.* (1973) et par nous-mêmes (MULTON et TRENTESAUX, 1973) ;

— la mesure du résultat d'une action enzymatique dans le grain : disparition du substrat ou apparition de produits nouveaux par exemple ; c'est ainsi que TOLLIER et GUILBOT (1973) traitent de l'évolution des glucides, que BAKER, NEUSTADT et ZELENY (1957) ont proposé une nouvelle méthode pour déceler l'apparition d'acidité grasse et POMERANZ (1965) a décrit une méthode permettant de suivre la disparition rapide des phospholipides ; une méthode très intéressante que décrivent KAMINSKI *et al.* (1973) consiste à suivre l'évolution des corps organiques volatils par chromatographie en phase gazeuse.

Mais le champ des méthodes biologiques est immense et, sans chercher à être exhaustif, nous n'avons fait que citer quelques exemples particulièrement significatifs.

3. *Tests d'appréciation de qualité.*

Les tests permettant d'apprécier les qualités alimentaires et technologiques sont essentiels, car ce sont eux qui permettront de décider des possibilités de stockage et de l'utilisation ultérieure des grains.

a) *Tests d'appréciation de la qualité alimentaire.*

Diverses méthodes peuvent être mises en œuvre pour apprécier l'innocuité des grains en décelant la présence éventuelle de toxines, en particulier de mycotoxines, problème qui est traité en détail par GOLUMBIC (1973).

Il est en particulier très important de pouvoir déceler grâce à des méthodes très

sensibles une dilution de grains moisis avec leurs toxines dans un lot de grains sains. Il est important également de mettre au point des méthodes très sensibles permettant de déceler des traces de pesticides d'autant plus que se développent des pratiques dangereuses et inefficaces, mais fréquentes, consistant à traiter les grains de façon répétée (GUIRAUD, 1968).

En ce qui concerne les caractères organoleptiques, c'est évidemment au stade du produit transformé que le problème se pose. Les exigences du consommateur sont très importantes au niveau de l'appétibilité et des caractères psychosensoriels ; le pain, par exemple, doit présenter une odeur, un goût, une texture, des couleurs bien déterminés pour un type de clientèle, variable selon les époques et les lieux, et surtout une absence de flaveurs anormales. Dans ce domaine, si la part de l'industrie de transformation est prépondérante, celle qui revient à la matière première et à sa conservation est également très importante.

Quant à la valeur nutritionnelle, elle peut être appréciée soit par des dosages biochimiques, soit, en ce qui concerne les animaux, par des essais de croissance.

b) *Tests d'appréciation de la qualité technologique.*

Les tests technologiques, comme les précédents d'ailleurs, ne sauraient être en eux-mêmes des moyens d'étude de l'aptitude à la conservation ; cependant ils constituent sans doute l'étape préliminaire à toute étude d'une nouvelle méthode d'appréciation des conditions de conservation afin de déterminer les limites d'efficacité de celle-ci, dans la perspective d'une technologie donnée.

A l'heure actuelle, parmi les tests technologiques, les plus importants sont ceux qui concernent la panification : d'une part les tests rhéologiques (alvéographe, amylographe, farinogramme) permettant d'apprécier la force boulangère de la farine (consistance, extensibilité, élasticité, ténacité), d'autre part les tests de panification permettant d'apprécier le produit fini, soit de façon objective (volume, gonflement), soit de façon subjective (dégustation).

L'industrie des pâtes alimentaires et l'industrie amidonnière sont également fort intéressées par la mise au point de tests technologiques sûrs.

Actuellement, un effort important est réalisé en France, dans le cadre d'actions concertées, organisées par le Comité technologique de la Délégation générale à la Recherche scientifique et technique, et qui devrait aboutir à la mise au point de méthodes simples.

B. — *Stratégie de l'appréciation de l'aptitude au stockage*

L'appréciation de l' « aptitude au stockage » est complexe et ne peut résulter de l'usage d'un test unique, aussi parfait soit-il ; on ne peut l'apprécier que par la combinaison et l'interprétation de plusieurs mesures, judicieusement choisies. La stratégie de l'appréciation de l'aptitude au stockage pourrait se définir idéalement de la façon suivante, que nous essayons de résumer sur le schéma de la figure 2.

1. Isoler chaque lot collecté dans des cellules spéciales, afin d'éviter le mélange de grains de qualité et d'aptitude différentes. Il faut souligner à ce propos qu'une très petite quantité de grains germés ou chauffés, diluée dans un lot sain, suffit à en altérer la qualité technologique dans des proportions considérables et beaucoup plus importantes que celles du mélange.

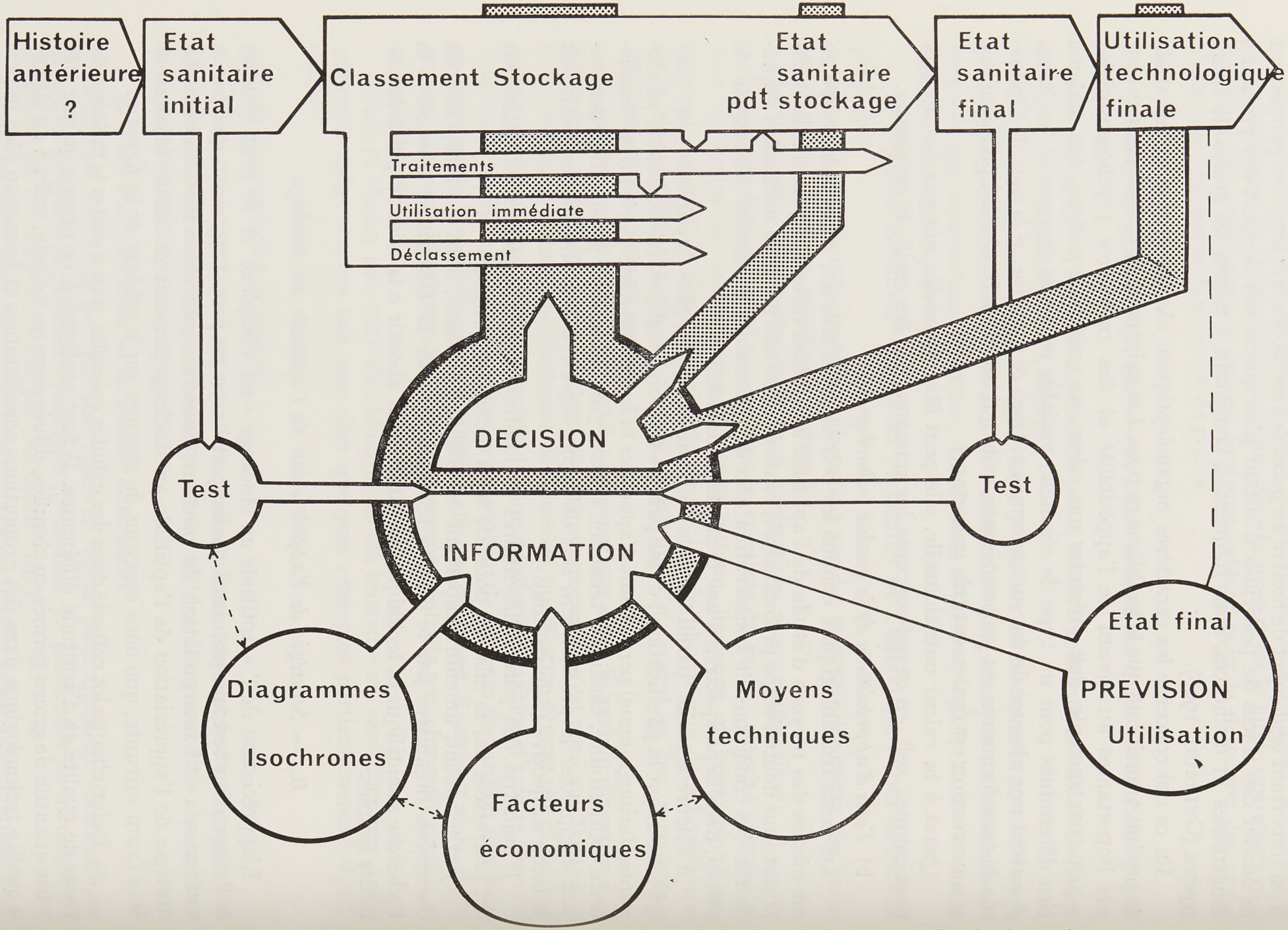


FIG. 2. — Schéma résumant la stratégie de l'appréciation de l'aptitude à l'entreposage d'un lot de céréales

2. Définir précisément l'état actuel du lot : niveau de qualité physique, nutritionnelle et technologique. Il est important, à ce stade, de s'assurer que les tests de laboratoire sont effectués sur des échantillons parfaitement représentatifs du lot considéré ; c'est un problème essentiel, car aucune mesure de laboratoire, aussi précise soit-elle, n'a de signification si l'échantillon utilisé n'est pas représentatif. C'est aussi un problème très difficile à résoudre, et, pour aider le praticien, des plans d'échantillonnage ont été définis et normalisés (en France, norme AFNOR VO3-700 et VO3-900 pour les céréales et graines oléagineuses).

En pratique, une fois les tests à utiliser choisis, on est confronté au choix des méthodes expérimentales.

Pour faire un choix judicieux qui conduise au résultat escompté, c'est-à-dire une appréciation aussi exacte que possible de l'aptitude au stockage, avec un minimum de complications matérielles, il faut se déterminer à partir des considérations suivantes :

— la méthode doit répondre précisément au but choisi (détection d'une altération thermique ou d'une infestation par les acariens, par exemple) ;

— elle doit offrir le maximum de corrélations possibles avec d'autres valeurs, nous venons de voir pourquoi ;

— elle doit être exacte, répétable, reproductible ;

— la méthode doit être la moins dépendante possible des problèmes d'échantillonnage, toujours difficiles à résoudre dans le cas des grains en grande masse ;

— son prix de revient (matériel, produit) doit être compatible avec la valeur des grains et l'économie du pays, et la méthode doit éventuellement pouvoir être mise en œuvre par du personnel non spécialisé ; ce dernier point est bien sûr particulièrement sensible dans les pays en voie de développement ;

— dans toute la mesure du possible, la méthode choisie devra être l'une de celles normalisées par les organismes internationaux tels que l'I. C. C. et l'I. S. O., ce qui présente l'avantage très appréciable de permettre des comparaisons faciles grâce à l'uniformisation des modes opératoires ; il faut souligner l'intérêt essentiel que présente le travail effectué par ces organismes et la nécessité qu'il y a à collaborer avec eux chaque fois que cela est réalisable.

Dans ces conditions, il est possible d'établir un premier classement, en écartant les grains non parfaitement sains et en mélangeant des lots équivalents. Une telle politique de qualité doit être payante, ainsi que le prouve l'exemple des Suédois qui vendent sur le marché mondial les blés germés, après un traitement spécial.

3. Définir le but : utilisation technologique souhaitée, et donc seuil limite de l'état sanitaire.

4. Connaître les possibilités techniques d'intervention : nettoyage, séchage, refroidissement, stabilisation (acides organiques, pesticides).

5. Enfin, déterminer la durée maximale probable de conservation, en se basant sur les diagrammes isochrones de conservation (fig. 3) qui représentent, dans des conditions d'entreposage déterminées, les lieux des points d'égale durée de conservation, en fonction de la température et de la teneur en eau ; d'excellents exemples en sont fournis par les travaux de Kreyger (1959), Linko (1960), Guilbot et Poisson (1963, 1964).

Mais pour utiliser valablement ces diagrammes isochrones, deux éléments sont à prendre en considération.

D'une part, ils sont établis pour certains critères d'altération, et il ne peut être question d'en établir pour chacun des critères que nous avons passés en revue, pour

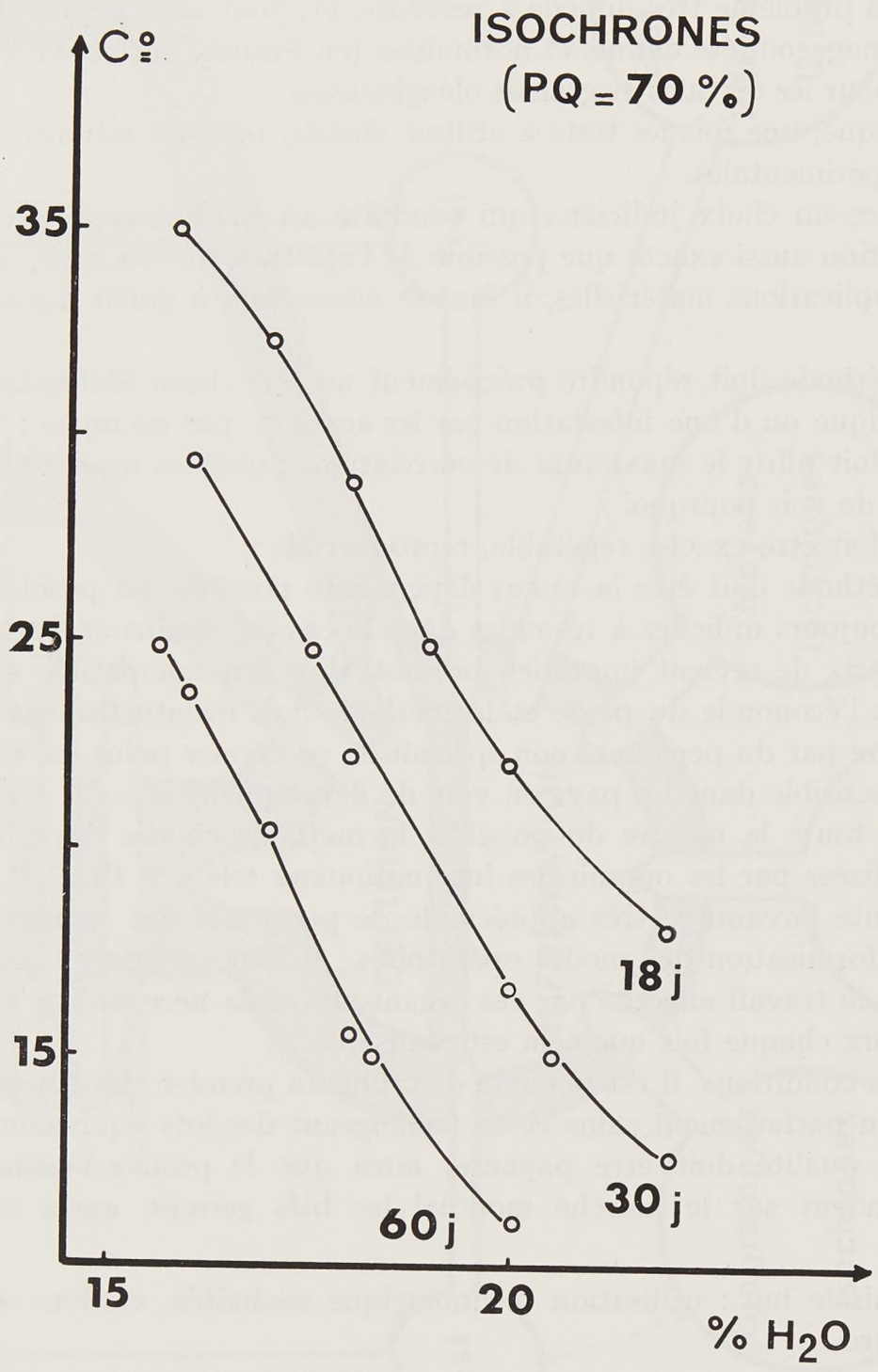


FIG. 3. — *Diagramme isochrone de conservation d'un blé : lieu des points d'égales durées de conservation, en fonction de la teneur en eau et de la température de stockage, en atmosphère aérée*

(selon GUILBOT, 1963)

des raisons matérielles évidentes ; ceci pose donc le problème très difficile suivant : choisir quelques critères de base pour établir expérimentalement les diagrammes, puis apprécier les autres caractéristiques intéressantes (valeur technologique par exemple) grâce aux corrélations que l'on aura pu établir au laboratoire entre ces caractéristiques et les critères retenus pour établir les diagrammes. Ainsi l'étude

des corrélations entre tests d'altération apparaît comme un élément primordial à prendre en considération dans les recherches à venir.

Quelques-unes sont déjà assez bien connues, comme par exemple les corrélations entre le temps de chute Hagberg et le nombre de grains germés, entre la qualité boulangère et les indications de l'alvéographe, la teneur en protéines, le gonflement de celles-ci (test de Zeleny) ou les valeurs données par le farinogramme Brabender entre certaines activités enzymatiques (acide glutamique décarboxylase) et les propriétés germinatives.

Mais il faut bien reconnaître que la plupart demeurent ou trop imprécises ou mal connues.

Récemment plusieurs tentatives ont été faites, notamment par GUILBOT (1972), pour essayer d'exprimer les corrélations établies entre les tests de laboratoire et la valeur nutritive ; dans une étude collective (ANONYME, 1971), les auteurs établissent un tableau de correspondance (tabl. 1) qui montre qu'aucune méthode de labora-

TABLEAU I

Parallélisme entre les diverses méthodes d'identification des principaux effets d'altération
(selon ANONYME, 1971)

Principaux effets	Mise en évidence des principaux effets sur le grain	
Altérations dues à	Tests de laboratoire	Tests sur animaux (mesures et animal)
Température trop élevée	Grains brûlés Solubilité des protéines	Digestibilité des protéines { Rat
	Lysine disponible Activité amylasique	Lysine libre du muscle { Poulet
	Taux d'extraction de l'amidon Rhéologie des empois Numération, nature de la microflore	Croissance sur régime carencé en lysine { Poulet
Échauffement avant séchage	Sucres alcoolo-solubles (taux) Dégradation raffinose et amidon	Croissance { Porcelet Rat
	Amidon facilement hydrolysable (1) Taux d'extraction de l'amidon (1)	Consommation d'aliment { Pondeuse (+) Rat (—)
Ventilation par air refroidi avant séchage	Nombre de bactéries Nature des moisissures dominantes Activité α-amylasique thermorésistante	Consommation d'aliment Consommation par kg d'œuf { Pondeuse

(1) Tests non spécifiques. (+) = plus sensible ; (—) = moins sensible.

toire à elle seule ne permet de déceler les différences de traitement subi par le grain ; ce genre de recherche mérite, nous semble-t-il, d'être développé de plus en plus largement.

Il convient en particulier de rechercher des méthodes nouvelles qui permettent de dégager des corrélations précises entre, par exemple, les qualités technologiques et les propriétés biochimiques ; ce n'est qu'à ce prix que les diagrammes de conservation seront pleinement utilisables.

D'autre part, les diagrammes sont établis expérimentalement au laboratoire sur des grains dans un état sanitaire initial défini ; il convient donc de tenir compte de l'état actuel du lot qui va être entreposé, et en fonction de cet état, par comparaison avec celui ayant servi à l'étude de laboratoire, d'affecter le diagramme d'un terme correctif. Pour cela, il faut des méthodes très fines de détection des débuts d'altération.

On doit cependant chercher à réduire l'incertitude à ce stade, au niveau de la sélection, en recherchant des variétés adaptées à des utilisations technologiques données, au niveau de la récolte en déterminant des dates optimales et en réglant au mieux les machines afin d'éviter la casse du grain, et dans la mesure du possible les opérations de séchage.

Ainsi, comme on peut le voir, l'appréciation de l' « aptitude au stockage » est un objectif très ambitieux, et il faudra encore beaucoup d'études pour arriver à une solution satisfaisante.

V. — CONCLUSION

En résumé, si les spécifications concernant le classement des céréales deviennent plus strictes, et si la qualité technologique devient payante, la valeur commerciale des grains va aller en s'améliorant.

Il existe déjà dans certains pays, en projet ou en usage, un classement permettant de distinguer les blés améliorants, ceux destinés à la biscotterie, à la panification et ceux tout venants.

De plus en plus, donc, il faudra disposer de méthodes analytiques précises pour définir rigoureusement l'état du grain, ses qualités et ses aptitudes technologiques, et pour déterminer, au niveau de la collecte, l'aptitude au stockage du grain. On a vu toutes les difficultés de ce problème, mais c'est le sens du progrès et déjà on voit les orientations de recherche s'infléchir dans ce sens un peu partout dans le monde.

SUMMARY

DETERMINATION OF GRAIN FITNESS FOR PRESENT UTILIZATION AND FOR STORAGE

After recalling the different data which permit to give a better definition of the problems of grain damage after the harvest-specific characteristics of grains, different damaging processes and environmental parameters which determine them, the authors attempt to define the quality conditions of the grain.

This concept involves the following elements :

— characteristics related to the food and feed quality (nutritional value, flavour, safety) ;
— characteristics related to the fitness for a given utilization or industrial transformation ;
— the capacity of the grain for keeping those characteristics in determined storage conditions.

To appreciate the food quality and this present or potential utilization value, correlations must be established between those general characteristics and one or several properties of the grain, the measure of which has to be fairly easy and rapid.

A survey and a tentative classification of the main tests now existing or being developed to appreciate grain fitness for present utilization and storage are presented.

The criteria of test selection and the problems of normalization of such tests are examined with the help of a few examples.

ZUSAMMENFASSUNG

BESTIMMUNG DER SOFORTIGEN VERWENDUNGSMÖGLICHKEIT UND DER EIGNUNG DES KORNS ZUR LAGERUNG

Nach einem kurzen Überlick der Faktoren, die es möglich machen, die Probleme der Kornalteration nach der Ernte zu erkennen — spezifische Merkmale des Korns, Arten der Alteration, Milieubedingungen, die die genannten Faktoren beeinflussen —, versuchen die Autoren, den sanitären Zustand des Korns zu definieren.

In diesem Zustand sind folgende Punkte zu unterscheiden :

— Merkmale bezüglich der Nährqualität (Nährwert, organoleptische Merkmale, Unschädlichkeit);
— Eignung zur Verwendung oder einer industriellen Transformation ;
— Möglichkeit des Korns, seine Quälitatsmerkmale unter bestimmten Lagerungsbedingungen in Abhängigkeit der Zeit zu bewahren.

Zur Beurteilung des sanitären Zustands und des sofortigen oder potentiellen Verwendungswertes, ist die Darstellung einer Korrelation zwischen den allgemeinen Merkmalen und einer oder mehrerer Korneigenschaften erforderlich, die sich schnell und einfach bestimmen lassen muss.

Es wird ein Überblick und eine Klassifizierung der hauptsächlichen Tests gegeben, die existieren oder die in Bearbeitung sind, und mit denen die Eignung des Korns zur sofortigen Verwendung oder zur Lagerung bestimmt werden kann. Die Schwierigkeiten der Auswahl und die Probleme einer Standardisierung solcher Teste werden and Han einiger Beispiele untersucht.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Anonyme, 1971. Le maïs-grain : préstockage, séchage et qualité. Discussion générale des principaux résultats. *Ann. Zootech.*, **20** (n° hors série), 697-705.

Anonyme, 1973. Collecte et stockage des céréales. *Écon. agric.*, (1).

Baker D., Neustadt M. H., Zeleny L., 1957. Application of the fat acidity test as an index of grain deterioration. *Cereal Chem.*, **34** (4), 226-233.

Burges H. D., Burrel N. J., 1964. Cooling bulk grain in the british climate to control storage insects and improve keeping quality. *J. Sci. Food Agric.*, **15** (1), 32-50.

Calet C., 1973. Influence des conditions de récolte, de séchage et de conservation sur la valeur alimentaire des céréales. *Symposium international « Conservation des grains récoltés humides »*, Paris, mars 1973.

Christensen C. M., Kaufmann H. H., 1969. *Grain storage. The role of fungi in quality loss.* University of Minnesota Press, Minneapolis.

Cienska K., Schneider J., 1973. Influence des conditions de conservation sur la faculté germinative des grains de seigle. *Symposium international « Conservation des grains récoltés humides »*, Paris, mars 1973.

Dauphin J., 1970. La situation du stockage des céréales. *Bull. tech. inf.*, (255), 667-673.

Golumbic C., 1973. Potential mycotoxin problems in high moisture grain. *Symposium internationa l « Conservation des grains récoltés humides »*, Paris, mars 1973.

GUILBOT A., POISSON J., 1963. Conditions de stockage et durée de conservation des grains. *Journées d'étude sur la conservation des grains. I. T. C. F.* (Paris), 15-27.

GUILBOT A., 1964. Les méthodes biochimiques de contrôle analytique dans les industries de céréales, in GAUTIER J. A. et MALANGEAU P., *Mise au point de chimie analytique, organique, pharmaceutique et bromatologiques*, Masson et Cie, Paris.

GUILBOT A., TRISVIATSKC L., MULTON J.-L., 1968. Appréciation de l'état sanitaire des céréales et de leur aptitude à la conservation. Rapport sur les activités du groupe de travail ICC n° 27. Assemblée générale de l'ICC., Vienne (Autriche), 1968. *Rapports de l'Association internationale de Chimie céréalière*, 1968, 144-145.

GUILBOT A., 1969. Aspects généraux du problème de la qualité des blés. *Bull. tech. Inf.*, (244), 1-20.

GUILBOT A., MULTON J.-L., MARTIN G., 1971. Les problèmes posés par l'étalonnage des appareils électriques doseurs d'eau rapides dans les grains et graines. *Techniques des Industries céréalières*, (132), 7-13.

GUILBOT A., 1972. Confrontation entre les essais zootechniques et certaines analyses de laboratoire : recherche de tests spécifiques pour apprécier la valeur d'utilisation du maïs-grain. *Journées d'Information sur le maïs-grain*, A. G. P. M.-I. T. C. F., 92-98.

GUILBOT A., MULTON J.-L., DRAPRON R., 1972. Enzymatic activities and dehydration, in DECHEMA *Monographien*, **70**, 1327-1350, Verlag Chemie, Frankfurt am Main.

GUILBOT A., MULTON J.-L., MARTIN G., 1973. La détermination de la teneur en eau des semences. *Seed Sci. Technol.* (Numéro spécial sur le séchage et la conservation des semences). (Sous presse).

GUIRAUD M., 1968. La désinfection des céréales. *Bull. anc. Elèves Ec. fr. Meun.*, (227), 221-224.

HALL D. W., 1970. *Handling and storage of food grains in tropical and subtropical areas* (F. A. O., Rome).

HART J. R., 1967. A method for detecting mixtures of artificially dried corn with high moisture corn. *Cereal Chem.*, **44** (6), 601-606.

HOLADAY C. E., 1964. An electronic method for the measurement of heat damage in artificially dried corn. *Cereal Chem.*, **41** (6), 533-542.

HYDE M. B., 1965. Principles of wet grain conservation. *J. Proc. Inst. agric. Eng.*, (21).

KAMINSKI E., STAWICKI S., WASOWICZ E., PRZYBYLSKI R., 1973. Detection of deterioration of grain by gas chromatography. *Symposium international « Conservation des grains récoltés humides »* Paris, mars 1973.

KREYGER J., 1959. Recherches sur la conservation des orges de brasserie. *Bull. anc. Elèves Ec. fr. Meun.*, (169), 19.

LINKO P., 1960. The biochemistry of grain storage. *Cereal Sci. Today*, **5** (10), 302-306.

MARTIN P., 1968. A propos de la qualité des blés. *Technique Meunière*, **119**, 18-20.

MULTON J. L., POISSON J., GUILBOT A., 1969. Altération du grain de blé après la récolte. *Bull. tech. Inf.* (244).

MULTON J. L., GUILBOT A., 1971. History and last developments of the role played by International Association for Cereal Chemistry (I. C. C.) in the standardization of moisture content determination in cereals. IMEKO. *Symposium on Moisture Measurement.* Esztergon (Hongrie) (International Measurement Confederation).

MULTON J.-L., LECOURBE P., GUILBOT A., 1968. Méthodes d'appréciation de la détérioration biologique des grains par mesure du temps moyen de germination. in WALTERS A. M. and ELPHICK J. *Biodeterioration of materials* 731-740. Elsevier, Londres.

MULTON J.-L., GUILBOT A., 1971. Historique et derniers developpements du rôle de l'I. C. C. dans la standardisation des méthodes de dosage de l'eau dans les céréales. *La Meunerie*, (282), 1-6.

MULTON J.-L., TRENTESAUX E., GUILBOT A., 1972. Technique de détermination du temps moyen de germination : application à la détection des grains altérés au cours de chocs thermiques expérimentaux. *Seed Sci. Technol.* (sous presse).

MULTON J.-L., TRENTESAUX E., 1973. Évolution de l'activité ribonucléasique du blé au cours d'un choc thermique et pendant le stockage. *Symposium international « Conservation des grains récoltés humides»* Paris, mars 1973.

OXLEY T. A., 1948. Study of the water content of single kernels of wheat. *Cereal Chem.*, **25** (2), 111-127.

POMERANZ Y., 1965. Thin-layer chromatography in studies of cereals lipids. *C. R. international sur le seigle*, **2**, XIII, 1-10, Poznan.

SLUSANSCHI H., HUSTIU I., FILIPESCU H., OPROIU E. CSERESNYES Z., 1973. L'activité de la décarboxylase glutamique et de la ribonucléase comme indice de l'influence du séchage artificiel du blé sur ses propriétés germinatives et de panification. *Symposium international « Conservation des grains récoltés humides »*, Paris, mars 1973.

TOLLIER M.-T., GUILBOT A., 1973. Évolution de certains constituants du maïs en fonction de diverses conditions de stockage et de séchage. *Symposium international « Conservation des grains récoltés humides »*, Paris, mars 1973.

TRENTESAUX E., MULTON J.-L., GUILBOT A., 1972. Development of some physiological and biochemical characteristics of wheat grain during storage under controled conditions. in WALTERS A. H., HUECK VAN DER PLAS E. H., *Biodeterioration of Materials*, **2**, Applied Science Publishers Ltd, London.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (3), 351-369.

ECOLOGY OF STORAGE

R. N. SINHA

Agriculture Canada, Research Station,
25, Dafoe Road, Winnipeg, Manitoba,
Canada R3T 2M9

SUMMARY

Grain stored in bulks or bags in a granary is considered as a man-made ecosystem of limited energy. Any biological or physical agent that lowers the energy content of this ecosystem diminishes its value as a source of human or animal food. Changes that lead to grain spoilage are manifold and occur unevenly. The rate of change depends upon :

1. the type of grain ;
2. its conditions at harvest and during initial storage ;
3. the type of microflora and pests invading the grain during storage ;
4. the climate ;
5. the type of granary structure, which influences the impact of climate on stored grain and its pests.

Ecology of stored grain can be best understood if the multiple pathways of infestations are studied with the aid of a computer using both inductive and deductive approaches. Within the broad framework of agricultural and socio-economic conditions, climate often unpredictable determines the degree of storage stability of grain more than any other factor. Generally, a hot damp climate in the tropics provides the most favorable condition for rapid multiplication of the more destructive pests of stored products, whereas in the temperate regions a cool dry climate favors slower multiplication of less destructive species. Using a recognized climate classification, attempts have been made to forge links between destructive storage organisms and the storage stability of grain in the major grain growing areas of the world.

INTRODUCTION

Ecology is the study of the interactions that determine the distribution and abundance of organisms. In stored grain, the most important organism is the grain itself. Although stored grain is dormant, it has all the properties of a living organism. Myriads of other organisms, from micro-organisms to small mammals, also interact with the grain at various stages of storage, as do the various components of its non-living environment such as temperature, moisture and granarystructure.

In fact, interactions may begin in the field before the grain is harvested and stored. Because the food energy locked in stored grains (344 cal in 100 g of wheat) is a non-renewable energy reserve within a closed ecosystem, interactions of the grain with abiotic or other biotic agents usually reduce this energy reserve. For nearly 10 000 years, man has been storing grain with a view to using all of it for himself and for livestock. He needs the carbohydrates, fats, proteins, minerals and vitamins in the grain and does not intend to share them with other organisms. In reality, however, stored foods are often shared by many organisms other than man.

There are many ways in which man is deprived of the fruits of his investments of money and labor in agriculture caused by the loss of stored produce. Stored grain, for example, may lose weight, nutritional value used in marketing quality (grade, chemical composition, moisture, dockage and infestation levels) and seed germinability. Moreover, lowering the quality of the grain can seriously damage the reputation of an exporting country in international trade. Most of these losses can be directly or indirectly translated into monetary losses with considerable socio-economic and political repercussions.

Although modern man has taken various measures, such as grain drying, use of pesticides, to reduce these losses — most of these have been stop-gap measures — satisfactory control of organisms in stored grain is seldom achieved.

Several abiotic and biotic factors are usually involved in different combinations in the deterioration of stored grain. These include physical and biochemical changes during storage, exposure to extremes of temperature and moisture, growth of microflora, development of insects and mites, feeding by rodents and birds, use of improper structures or containers for storage, and wrong management by man causing waste and quality loss.

An explanation for loss of stored grain could be found in the socio-economic realities. The realities of economics, politics and tradition of a country largely determine the type of farming, methods of storing, handling and transporting, and the marketing practices of that country. Thus even when scientific knowledge and technology are available, losses in stored grain continue to occur in most countries at one time or another. Scientists have usually no control over these factors, and their detailed consideration is beyond the scope of this paper. Nevertheless, any long-range technical solution of grain storage problems has to be made within the framework of the socio-economic realities of the country.

From the scientific viewpoint, part of the reason for the continued loss of stored grain in modern societies lies in the myopic and often unidisciplinary strategy that man has followed to solve grain storage problems. What we urgently need is a reservoir of ecological knowledge on stored grains and their pests that is not limited to national boundaries. Such a reservoir could form a basis for a world-wide strategy for stored-grain preservation.

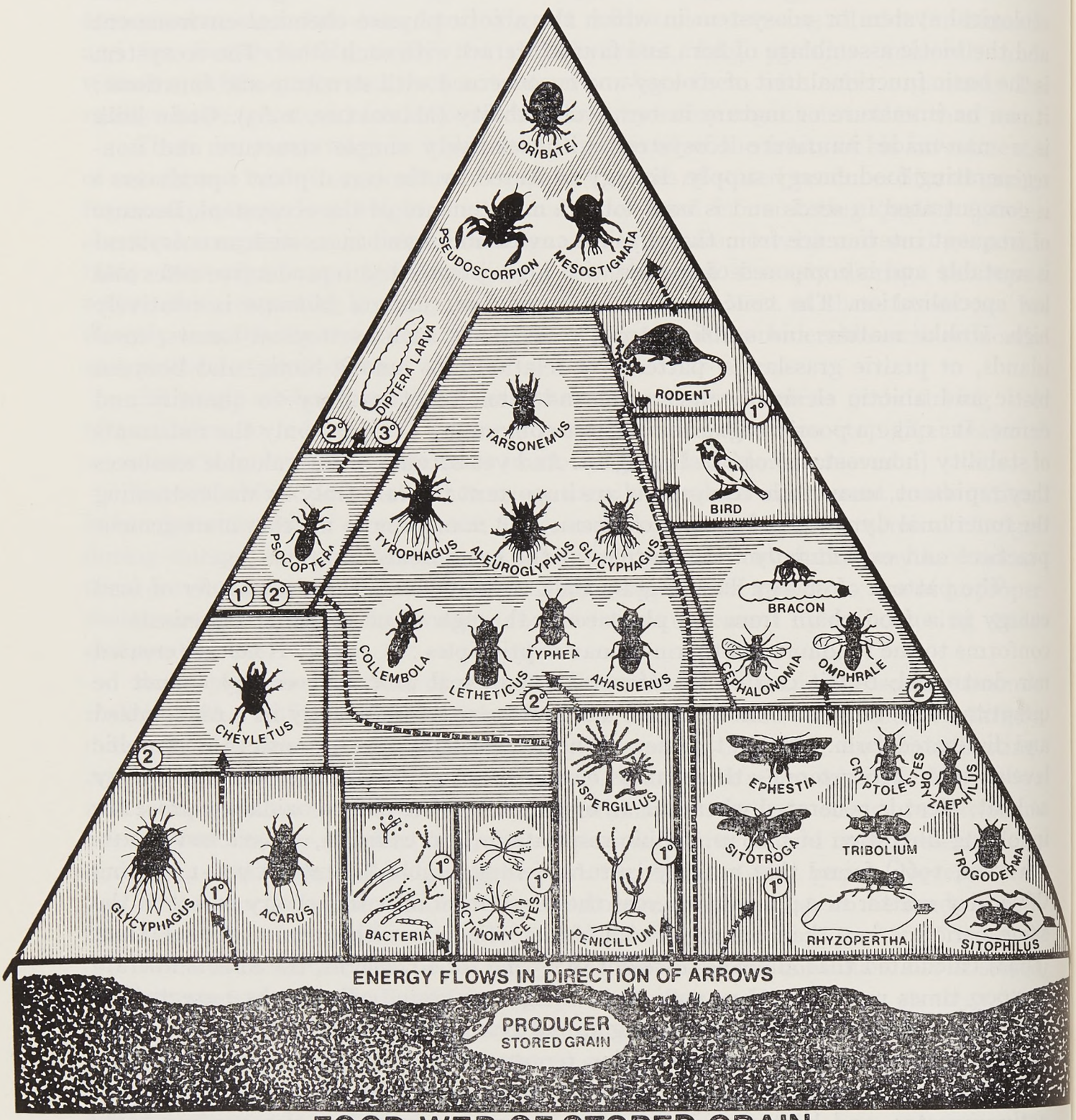
Because ecology is complex and the biochemical and engineering aspects of grain storage have been adequately covered by other speakers at this symposium, I shall only discuss three aspects : 1) energy flow and foodweb in a typical grain bulk ecosystem, 2) dynamics of interrelations in partly wet wheat bulks in Manitoba, Canada, as revealed by multivariate analysis and 3) climatic classifications of the regions where wheat and rice are grown and the characteristic patterns of infestation of storage organisms predominant in these regions.

Grain bulk as an ecosystem; its energy flow and foodweb

To understand the ecology of storage, one should consider a grain bulk as an ecological system or ecosystem in which the abiotic physico-chemical environment and the biotic assemblage of flora and fauna interact with each other. The ecosystem is the basic functional unit of ecology and is concerned with structure and functions ; it can be immature or mature in terms of stability (Margalef, 1963). Grain bulk is a man-made immature ecosystem with relatively simple structure and non-regenerating food energy supply. Energy captured by the cereal plant « producers » is concentrated in seeds and is used for the maintenance of the ecosystem. Because of frequent interference from the physical environment and man, such an ecosystem is unstable and is composed of species with high growth and reproductive rates and low specialization. The concentration of energy per unit of biomass is relatively high. Unlike mature and stable natural ecosystems, such as tropical forests, coral islands, or prairie grasslands, patterns of relationships among biotic, and between biotic and abiotic elements, are vague and often too transitory to quantify and define. It is like a poorly organized pioneer community in which only the rudiments of stability (homeostasis) can be hoped for. And yet because of the valuable resources they represent, man-made ecosystems are important to man. Only by understanding the functional dynamics of these ecosystems, can man hope to develop management practices and exploit fully the resources of the ecosystems.

The pattern of energy flow in grain bulk ecosystems — that is, transfer of food energy in a food chain from the plant seeds through a succession of organisms — conforms to the fundamental thermodynamic principles : 1) energy is neither created nor destroyed, but it can be transformed ; 2) in real processes, energy cannot be quantitatively converted into another without some loss of energy in a randomized and dissipated form. At each transfer — there are usually 4 or 5 transfers or « trophic levels » in an ecosystem — there is loss of a large proportion of the potential energy as heat. Heat is generated whenever an organism respires due to oxidation processes involving liberation of CO_2 in aerobic respiration. For example, Kostichev (Trisviatskii, 1966) found that a 2-day culture of fungal mold liberates 1 750-1 870 mg CO_2/g dry matter in 24 hours, whereas the respiration intensity of dry wheat in the same period is less than 0.1 mg. From his experiments with grain weevils, Oxley (1948) calculated that allowing a weight of 25 mg for 10 weevils, the insects liberate 130 000 times more CO_2 than equivalent weight of grain. « Foodwebs » created by interlocking « food chains » in an aging stored grain bulk are illustrated with a schematic diagram in figure 1. Only major representative organisms are shown. The first level of « consumers » include the fungal genera *Aspergillus* and *Penicillium*, actinomycetes, and bacteria which not only feed on grain but also produce toxic substances, granivorous beetles, such as *Sitophilus, Rhyzopertha, Trogoderma, Oryzaephilus, Tribolium, Cryptolestes*, moths, such as *Sitotroga, Ephestia, Plodia* and acarid and glycyphagid mites.

The microbial consumers (« decomposers ») can flourish and decompose organic matter successfully only when the food source has a carbon (C) nitrogen (N) ratio ranging from 15/1 to 30/1. Most cereals have a C/N ratio within the optimum range of microbial activity (wheat, 15/1-26/1 ; barley, 18/1 ; oats, 20/1 and rice, 25/1).



FOOD WEB OF STORED GRAIN

1°: FIRST, 2°: SECOND, 3°: THIRD LEVEL CONSUMERS

FIG. 1. — *A schema of food web showing the trophic levels and the direction of energy flow in a stored grain bulk*

However suitable the substrate may be, most micro-organisms (except some species of the *Aspergillus* group) cannot be active unless the moisture content of the grain is high (70 p. 100 + RH for most fungi and actinomycetes, and 90 p. 100 + RH for most bacteria). Moreover, fungal infection is facilitated by seed injury (WALLACE, 1973). The first level consumer insects eat parts of the grain and thereby provide routes of entry for various microflora and other secondary insects and mites. In addition, the nitrogenous waste products and metabolic moisture from insects provide more favorable C/N ratios and moisture levels, and thereby facilitate further intensified microbial infection. Rodents and birds, as first level consumers, feed voraciously on stored grains. They not only consume a sizeable quantity of the grain but also foul a larger quantity with their excrement. Most mites and psocids feed on grain debris and the fungi that grow on the grain (SINHA, 1964, unpublished data). But *Acarus siro* L. feeds directly on wheat germs and multiplies to explosive numbers (SOLOMON, 1969). Therefore, this species, at least, is more a first than a second level consumer. The first level consumers produce food for the second level consumers. The second level consumers include mycophagous insects (*Ahasverus, Letheticus, Typhaea*, etc.) and mycophagous mites (*Tarsonemus, Caloglyphus, Tyrophagus, Aleuroglyphus*, etc.) which feed on the fungi invading the grain. At the second level are also mite and insect predators and parasites, *Cheyletus* and bdellids, which feed on acarid mites ; parasitic wasps such as *Bracon* and *Cephalonomia* feeding on larvae of stored grain moths and beetles, and *Blattisocius* mites feeding on *Ephestia*. Because the feeding specificities of many insects and mites are still unknown, the third level consumers are difficult to separate from the second. These include pseudoscorpions, tydeid and mesostigmatid mites (parasitic on rodents and birds). Excrement from the primary consumers, which are sites for luxuriant microbial growth, are also eaten by certain secondary and tertiary consumers (scavengers). Further nutriments for decomposer microflora are provided by the dead bodies of various animals. Recycling of nitrogen and other essential food components from one organism to another continues. Such succession of organisms and recycling of nutrients gradually pollute the grain bulk making it unsuitable for human use.

Thirty years ago, LINDEMAN (1942) of Yale University, U. S. A., revolutionized modern ecology by developing the trophic-dynamics concept. His theory provides a conceptual framework for the relationship of trophic or « energy-availing » relationships within the ecosystem to the process of succession of organisms. Applying LINDEMAN's concept, useful information on the « biological productivity » and « energy-flow » have been obtained for natural ecosystems, such as Silver Spring Lake, Florida (ODUM, 1957). Although a grain bulk is a relatively less complex ecosystem, to my knowledge no energy-flow model or energy budget has ever been made to understand its bioenergetic relationships. Such studies are not only basic but also urgent for long-term solution of grain storage problems.

Dynamics of interrelations in damp grain bulks

Interrelations among microflora, mites and insects in 2 partly damp, 13-ton bulks of *Manitou* wheat stored in 2 identical, adjacent, wooden granaries (367 × 207 × 254 cm with wooden floors) at Glenlea, Manitoba, for 77 months from December 1965 to April 1972 are shown (fig. 2) ; the grain was sampled (sample size, 200 g) every

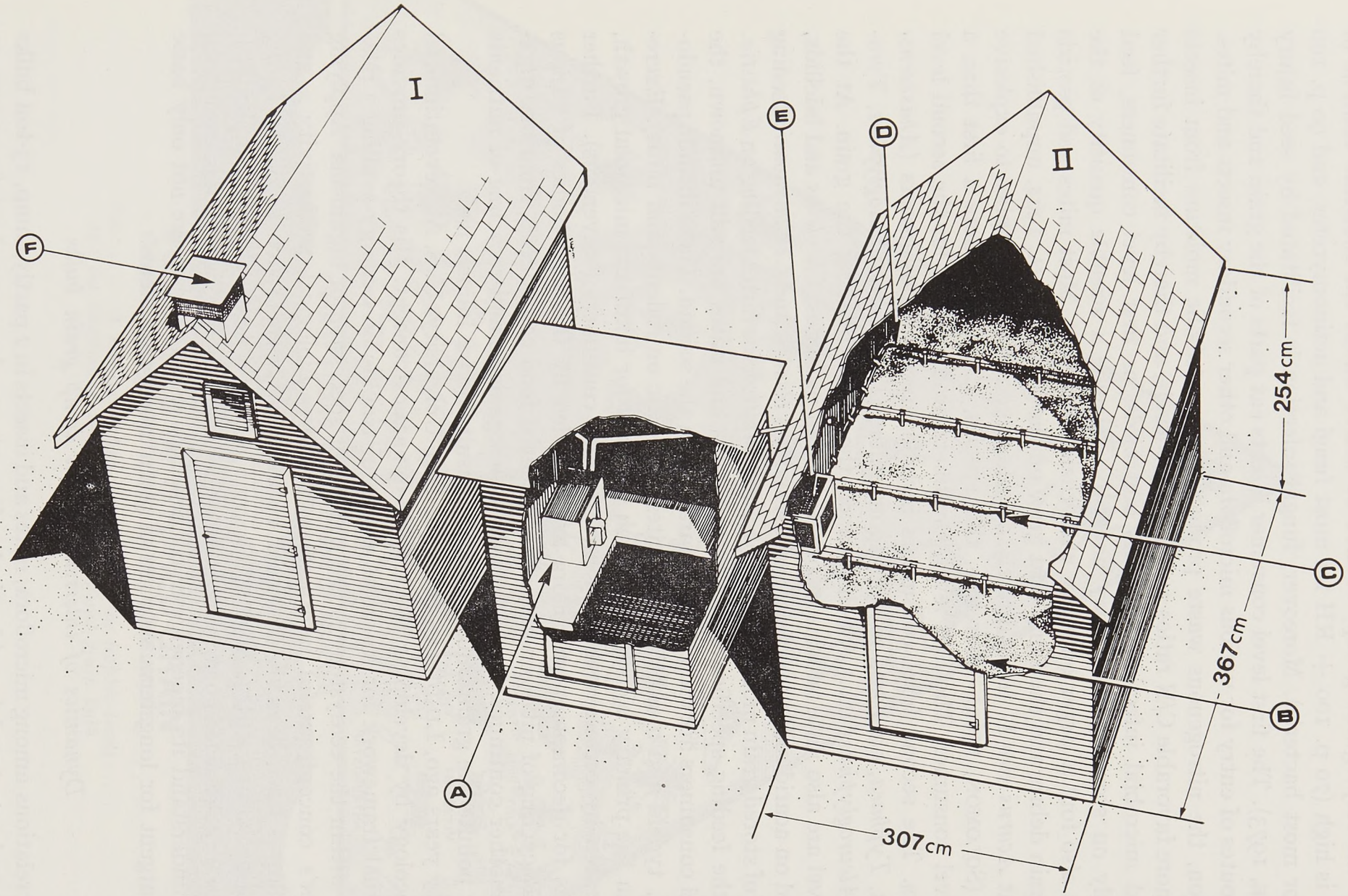


FIG. 2. — *A diagrammatic sketch of the 2 typical farm granaries in Glenlea, Manitoba in which ecological studies with 2 wheat bulks were carried out during 1965-70.*

A : electronic multipoint recorder (Honeywell Controls Ltd., Toronto) in a heated shed, the recorder was used to measure air and grain temperatures ; B : stored wheat bulk ; C : fixed thermocouples in permanent sampling locations at various depths ; D : wooden wall of the granary ; E : screened box in which a hygrothermograph was kept ; F : screened box in which fixed thermocouple was placed to record outdoor temperature.

3 or 4 months. Although the original plan was to study the keeping quality of the dry grain (13-14 p. 100 moisture content), flooding of the Red River in the spring of 1966 immersed the lower 30-40 cm of both granaries in water for 3-4 days and the bottom layer of the grain bulks became wet. In the following years, grain heated in localized spots and, at some locations, the level of crusted grain rose upwards unevenly and gradually to about 30 cm from the top. Because the bottom and certain parts of each bulk were too hard to penetrate by the torpedo sampling probe, the present data are based mostly on grain samples from unaffected parts and from parts along the periphery of the hardened, wet grain. Seventy-five to hundred samples were collected at each sampling period and 28 variates were measured.

To obtain a concise multivariate summarization that could help in generating a hypothesis, the annual data from both granaries were subjected to separate principal component analyses (P. C. A.) ; variates with more than 89 zero entries were excluded. In P. C. A., a deductive approach is used ; that is, one works from the data, which are linear or made linear by transformation, towards a hypothetical model. The technique screens the data to determine whether all information contained in several chosen variates can, in fact, be expressed by a few variates with a minimum loss of information. The variation explained by the first component ranged from 16 p. 100 in 1967 to 38 p. 100 in 1965-66 in granary 1 and 16 p. 100 in 1967 to 32 p. 100 in 1970 in granary 2. Pictorial explanation of the changing relationships among variates based on correlation coefficients between the first component and each variate are given for both granaries in figures 3 and 4. To simplify interpretation, certain variates were grouped after the analyses were completed ; vector coefficients below 0.30 were also excluded. The list of variates — often at the species level — are given in Appendix I.

Meaningful interrelations became obvious only when changes other than the routine events in the organisms' normal environment occurred. Experimental grain bulks with about 2-4 p. 100 dockage and at about 14 p. 100 moisture content and subjected to the seasonal fluctuations of the Manitoba climate could be considered a normal environment.

The upper parts of figures 3 and 4 indicate that about half of the total number of variates measured were involved before and shortly after the flooding of the bin floors and the maximum number of variates were involved four years after the moistening of the grain (broken lines in fig. 3 and 4).

The percentage of variability accounted for by the first principal component, which was an index of microbial infection affecting the grain viability, was the highest shortly after flooding in granary 1 (38 p. 100) and relatively high four years after flooding in granary 2 (32 p. 100). When certain parts of a grain bulk suddenly become wet, microbial heating may occur unevenly within the bulk. Heating is usually accompanied by involvement of several other variates. If such grain is stored undisturbed for longer periods, a greater number of variates, which together explain lesser percentages of the total variation, become involved for the next two-three years. This period — which is analogous to incubation period in the epidemiology of a disease — is followed by a greater involvement of most variates which together may explain a greater percentage of total variation.

Germination of the grain could be affected from the start or two years later, depending on the rate of activity of *Penicillium*, *Aspergillus*, and bacteria and the

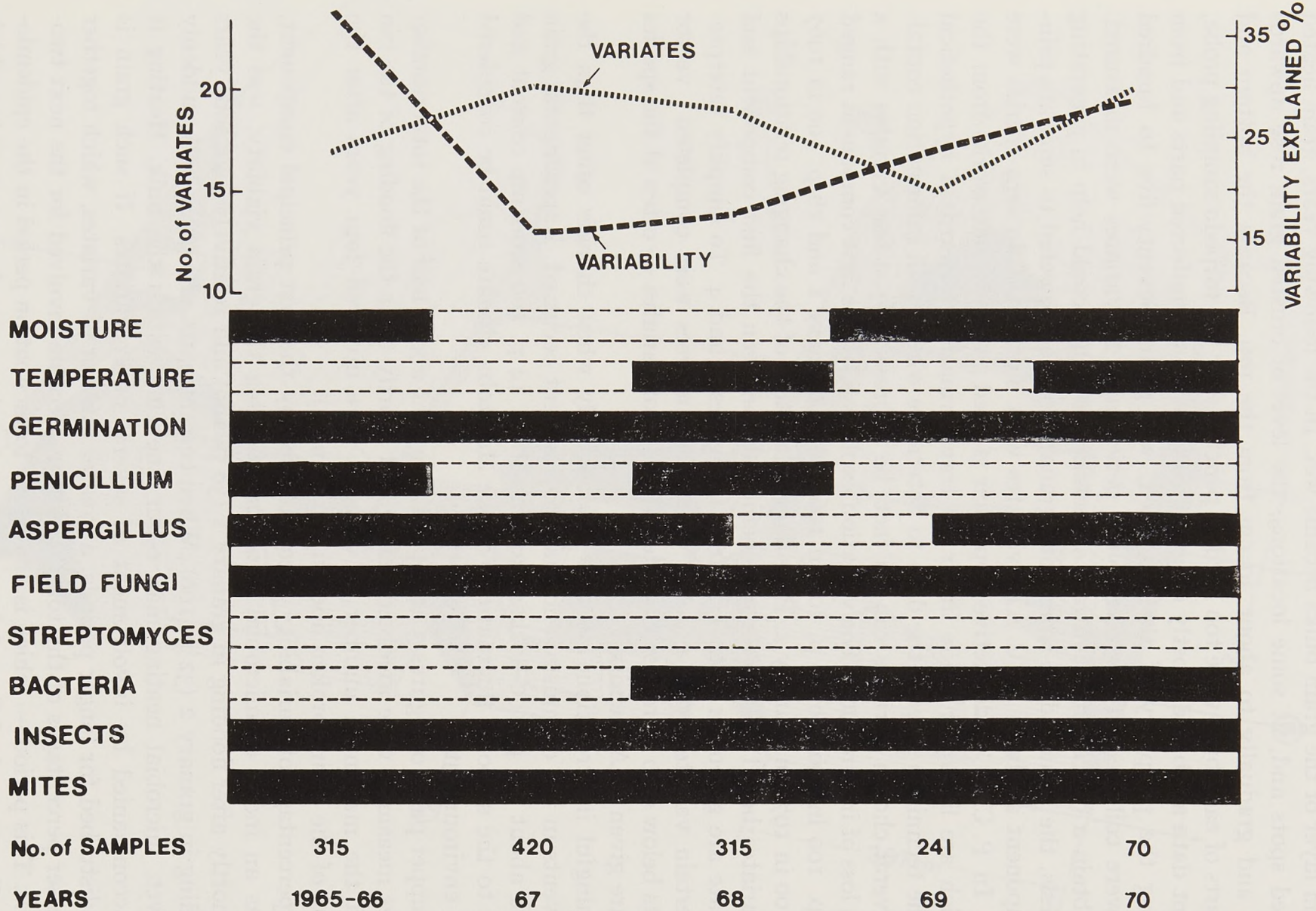


FIG. 3. — *Diagram illustrating the changing relationships among variates as revealed by 5 separate principal component analyses of annual multivariate data in granary 1*

Number of samples on which each analysis was performed is given at the bottom, whereas the number of variates involved and variability explained by the first component in each analysis are given at the top. Only the relationships by the first components are shown. Horizontal solid lines indicate involvement and broken lines non-involvement. All variates are listed in Appendix I.

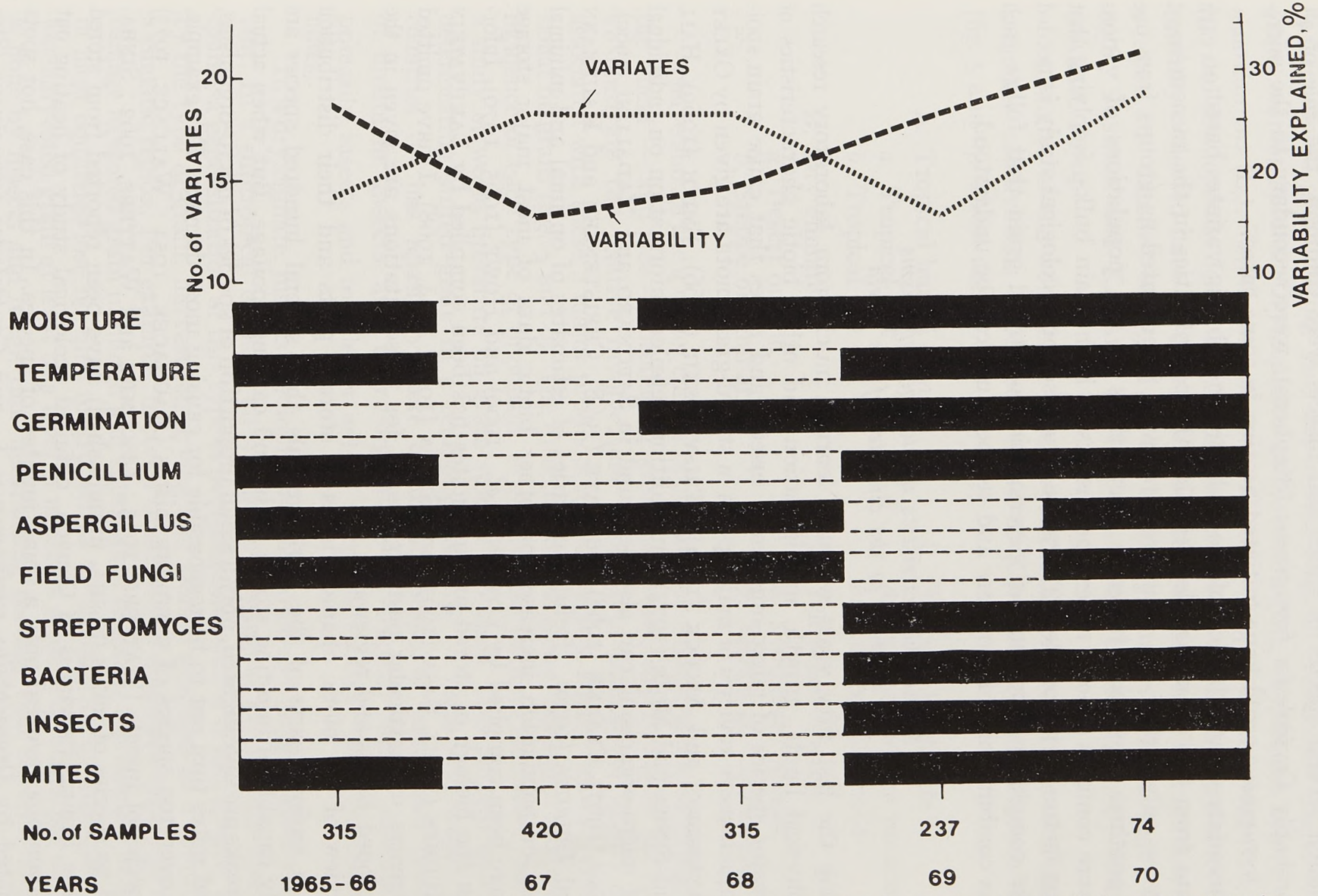


FIG. 4. — *Diagram illustrating the changing relationships among variates as revealed by 5 separate principal component analyses of annual multivariate data in granary 2*

Number of samples on which each analysis was performed is given at the bottom, whereas the number of variates involved and variability explained by the first component in each analysis are given at the top. Only the relationships of the first components are shown. Horizontal solid lines indicate involvement and broken lines non-involvement. All variates are listed in Appendix I.

amount of heat generated by their respiration. The presence of damp grain in contact with dry grain therefore accelerates the rate of deterioration of the entire grain bulk by involving more and more variates which show intensified activity.

Although several species of mites and insects were common, the role of all, except probably *Cryptolestes ferrugineus* (Stephens), were secondary to the microflora ; *C. ferrugineus* could have initiated heating in some cases.

Multivariate summarization of the 28 biotic and abiotic variates based on each year's data from two granaries also revealed the complexities in the measurement of change — only few of the many variates were interrelated as groups from one year to another. Moreover, irregular fluctuations in the populations of various species were common among mites and insects in both grain bulks, implying that controlling factors were complex. Therefore, much serious ecological study is needed before the complex mechanisms of deterioration of stored grain that follow each of various combinations of moisture and temperature can be understood.

Biotic characteristics of storage organisms in relation to the climates of the world

During the last fifty years, we have learned much from laboratory research on the physical limits, growth, multiplication and other biotic characteristics of various major species of micro-organisms, insects and mites that cause grain spoilage. Comprehensive reviews of major pests in stored-grain biota are given by Oxley (1948), Anderson and Alcock (1954), Trisviatskii (1966), Smith (1969), Hall (1970) and Sinha and Muir (1973). In addition detailed information on individual species of micro-organisms can also be found in Saponaro and Madaluni (1960), Panasenko (1967), Clarke (1968), Pelhate (1968), Christensen and Kaufmann (1969) and Tsuruta (1970). Useful summaries of estimates of optimal and minimal conditions for population increase and other biotic data of most major storage insects have been compiled by Cotton *et al.* (1960) and Howe (1965, 1970). Information on the biology of stored-product mites has been compiled by Zakhvatkin (1941), Hughes (1961), Sasa (1965) and Sinha (1963, 1964, 1968). I have omitted most references on particular pest organisms, for these citations are given in the aforementioned books and reviews.

A review of the biotic characteristics of storage pests and their distribution patterns in various parts of the world reveals that several hundred species are potentially capable of infesting stored grain and causing spoilage. But when actual pest oubtreaks are investigated, only a small proportion of species of micro-organisms, insects and mites turn out to be responsible for causing most damage. For example, although over 100 species of micro-organisms (Machacek, 1951 ; Wallace, 1973) and 80 species of insects (Watters, 1955 ; Liscombe and Watters, 1962 ; Sinha, 1965) and 50 species of mites (Sinha, unpublished) have been reported from stored grain in the Prairie Provinces of Canada, detailed ecological study of heating oat bulks in Manitoba revealed only a small number of species. In this case, hot spots were initiated by *Oryzaephilus surinamensis* L. and *Cryptolestes ferrugineus* (Stephens). As grain temperature and moisture rose, the grain was invaded successively by *Penicillium* (2-3 species), *Aspergillus* (3-5 species), *Absidia* (1 species) and *Streptomyces* (1 species), mycophagous and parasitic insects and mites, *Ahasverus* (1 species),

Cryptophagus (1 species), *Androlaelaps* (1 species) and *Kleemannia* (1 species) (SINHA and WALLACE, 1966). By the time, the grain was spoilt fewer than 20 species of organisms were involved. In reporting the comparative abundance of various insects in farm-stored grain during July-September 1945-50, WALKDEN (1951) found only a few common species: *Oryzaephilus surinamensis* (L.), *Cryplolestes* spp., *Tenebroides mauritanicus* (L.), *Tribolium castaneum* Herbst., *Sitophilus granarius* (L.), *S. oryzae* (L.) and *Rhyzopertha dominica* (F.). Some conclusions can be drawn wherever there is carefully collected data on the survey of potential number of storage insects within a region and detailed ecological studies of storage insects (JOFFE, 1958 ; KIRITANI, 1958 ; YOSHIDA and KAWANO, 1958 ; BURGES and BURRELL, 1964 ; SINHA, 1968 ; GRAHAM, 1970).

Climates of the world have been divided into 4 major classes, each class having 2 further subdivisions (modified version of KÖPPENS scheme, TREWARTHA, 1968) (fig. 5 and 6). These are :

A. Tropical humid climate
   a. Tropical wet
   b. Tropical dry

B. Dry climate
   a. Desert or arid
   b. Steppe or semi-arid

C. Subtropical climate
   a. Subtropical dry summer
   b. Subtropical humid

D. Temperate climate
   a. Temperate oceanic
   b. Temperate continental

I have shown the 4 major classes of climates on 2 maps of the world (fig. 5 and 6); the wheat — and rice — producing areas have been superimposed on these maps. To illustrate the relative involvement patterns of microflora, insects and mites associated with these 2 major products in each region, I have drawn a three-dimensional diagram (fig. 5 and 6). The direction of the arrows indicates relatively higher incidence of each type of organism. A generalized pattern, however, emerges from a study of world literature on grain storage problems. This pattern indicates that deteriorating stored grain in a temperate climate — mainly in wheat producing countries — has relatively more dominant species of mites and fewer species of dominant insects and micro-organisms. A tropical humid climate features primarily insects and to a lesser extent microbial species ; least dominant are the mites.

In a dry climate, insects are dominant and mites and fungi relatively less important. In a subtropical climate, all 3 types of organisms are equally abundant. Of course, a generalization of this type is oversimplified and it is also greatly influenced by the type of grain, harvesting, drying and storing practices in a country, within a climatic region. For example, bacteria could be the dominant organism in causing damage in stored grain in humid and subtropical climates, but farmers or authorities in most countries lose no time to dry, either by sunlight or by artificial heat, their wet harvested grain at least to a level of moisture content at which the main damage is done by insects and fungi, thus neutralizing the role that bacteria could play in that region. A few of the traditional grain-importing countries, such as Japan, have kept systematic records of fauna (KIRITANI, MURUMATSU and YOSHIMURA, 1959) and microflora associated with stored wheat, rice, and other produce imported into their countries. TSURUTA (1970) found more species of *Penicillium* and *Asper-*

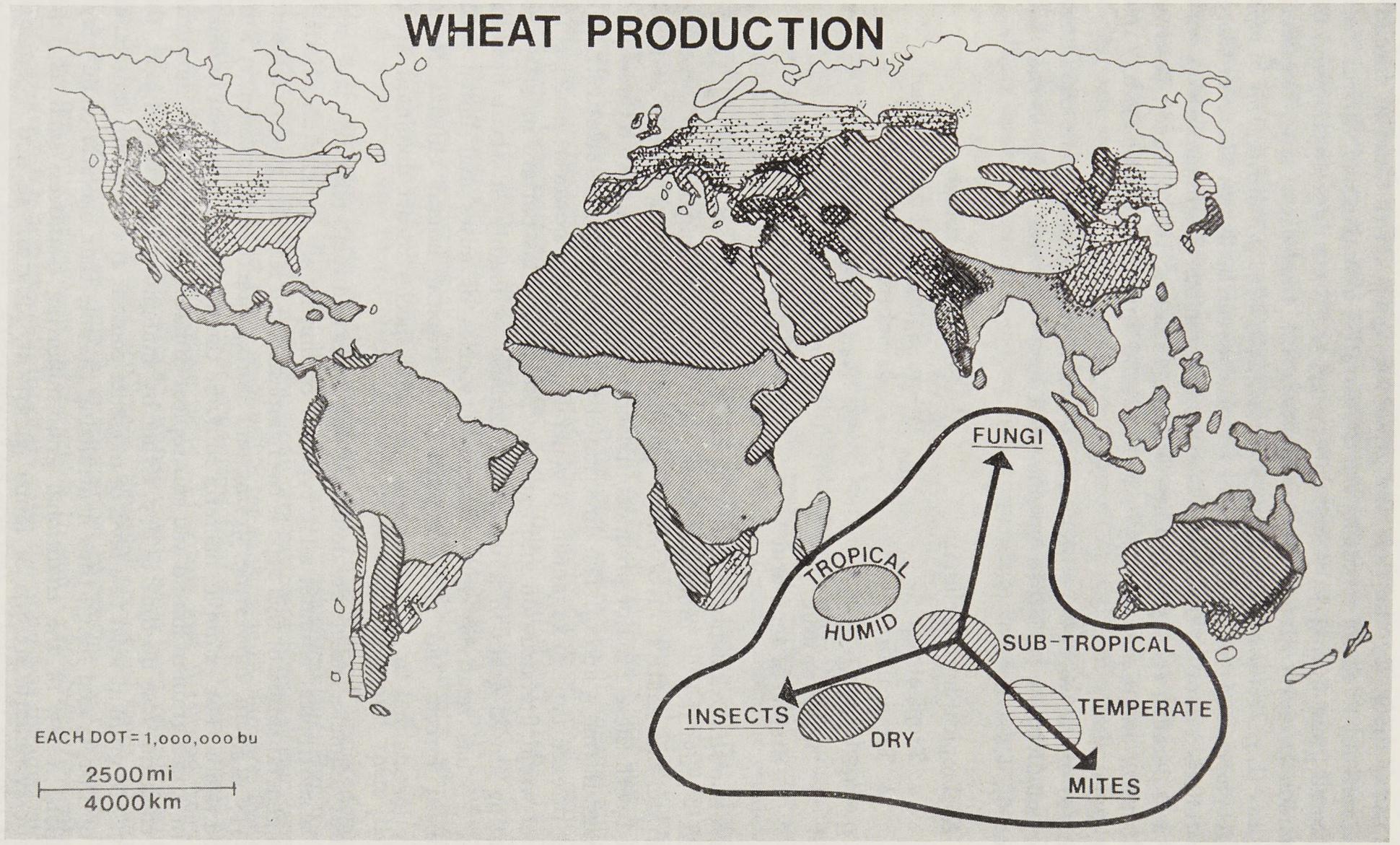


FIG. 5. — *World map showing the major climatic subdivisions* (KÖPPEN'S scheme, TREWARTHA, 1968) *and the wheat-producing areas*

The 3-dimentional diagram gives an estimate of the relative involvement patterns of microflora, insects and mites in the spoilage of stored grain in various climatic areas.

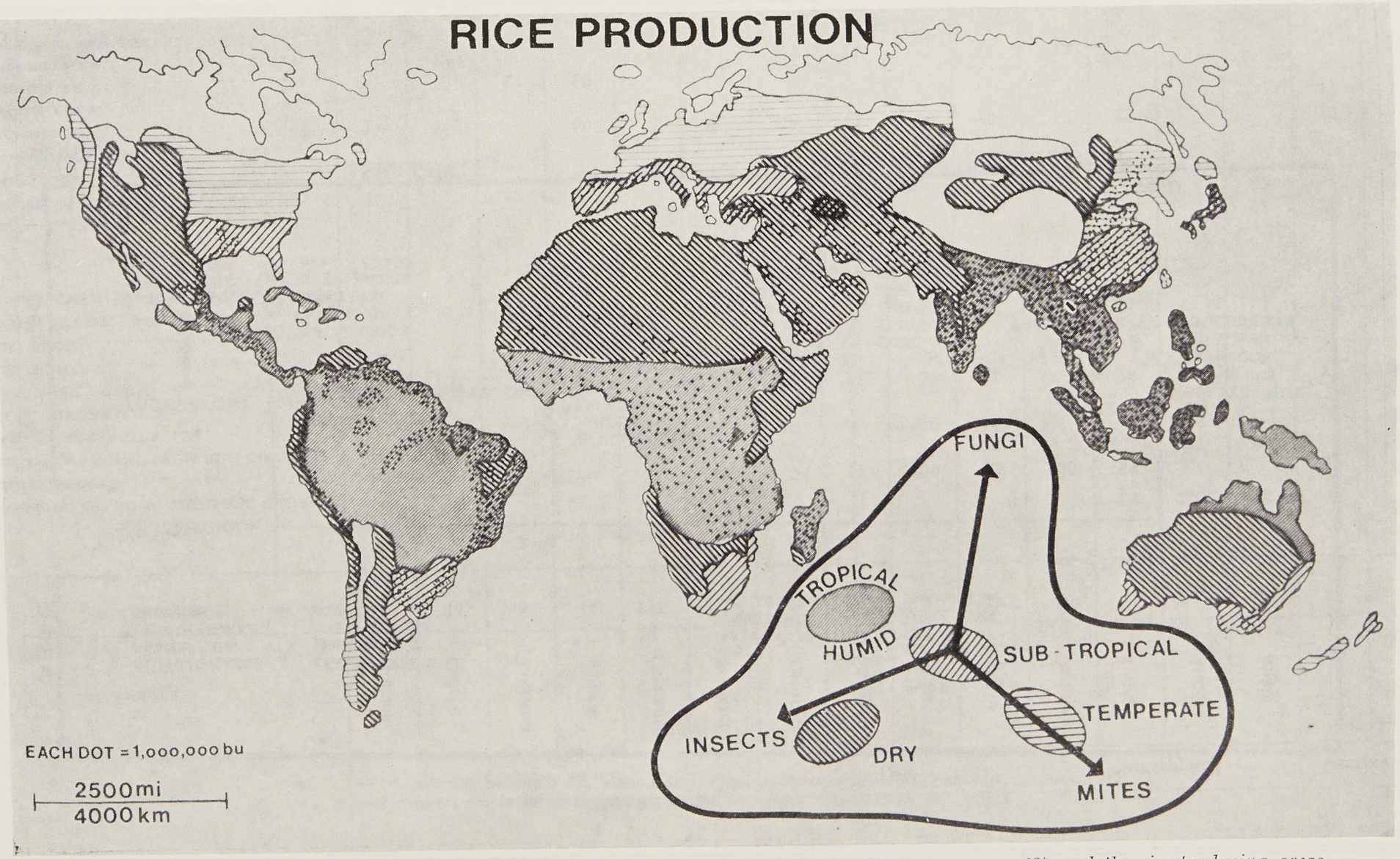


FIG. 6. — *World map showing the major climatic subdivisions* (KÖPPEN's scheme, TREWARTHA, 1968) *and the rice-producing areas*

The 3-dimensional diagram gives an estimate of the relative involvement patterns of microflora, insects and mites in the spoilage of stored grain in various climatic areas.

TABLE I

Relative frequency of occurrence of various species of Aspergillus *and* Penicillium *on various stored grains in Japan during 20 years* (After TSURUTA, 1970)

Fungus	Climate															
	Tropical humid						Dry				Subtropical				Temperate	
	Burma	Peru	Pakistan	Taiwan	Thailand	Viet Nam	Argentina	Equator	Iran	Peru	Turkey	China	Italy	Spain	U. S. A.	Yugoslavia
Nr of samples	274	26	0	14	175	83	7	9	2	27	7	43	109	64	53	2
Aspergillus																
A. amstelodami (MANGIN) THOM and CHURCH								11				23	50	42		
A. candidus LINK	18	12		86	35	40	9	11	100	12	100	58			19	
A. chevalieri (MANGIN) THOM and CHURCH	18	12			33	14		44		12			41	28		
A. fumigatus FRESENIUS		12					15		50	12			45			50
A. niger V. TIEGHEM											100					
A. oryzae (AHLB.) COHN	18	31	33	29	27	30	18	11	50	31		28	54		25	50
A. repens de BARY									50							
A. terreus THOM				36									38			
A. versicolor (VUILL.) TIRABOSCHI			33		15		9					21		41	19	
A. wentii WEHMER				29												
Penicillium																
P. adametzi ZALESKI														28	21	
P. chrysogenum THOM	14		22					22			43			42		
P. citrinum THOM	14	50			30	34	12	22		50		21				50
P. cyclopium WESTLING									50							
P. islandicum SOPP	14	15		50		22	27	11	50	15	57	21			17	
P. roqueforti THOM															17	
P. rugulosum THOM			22	36												
P. urticae BAINIER		12						11		12	43					50
P. citreo-viride BIOURGE														38		

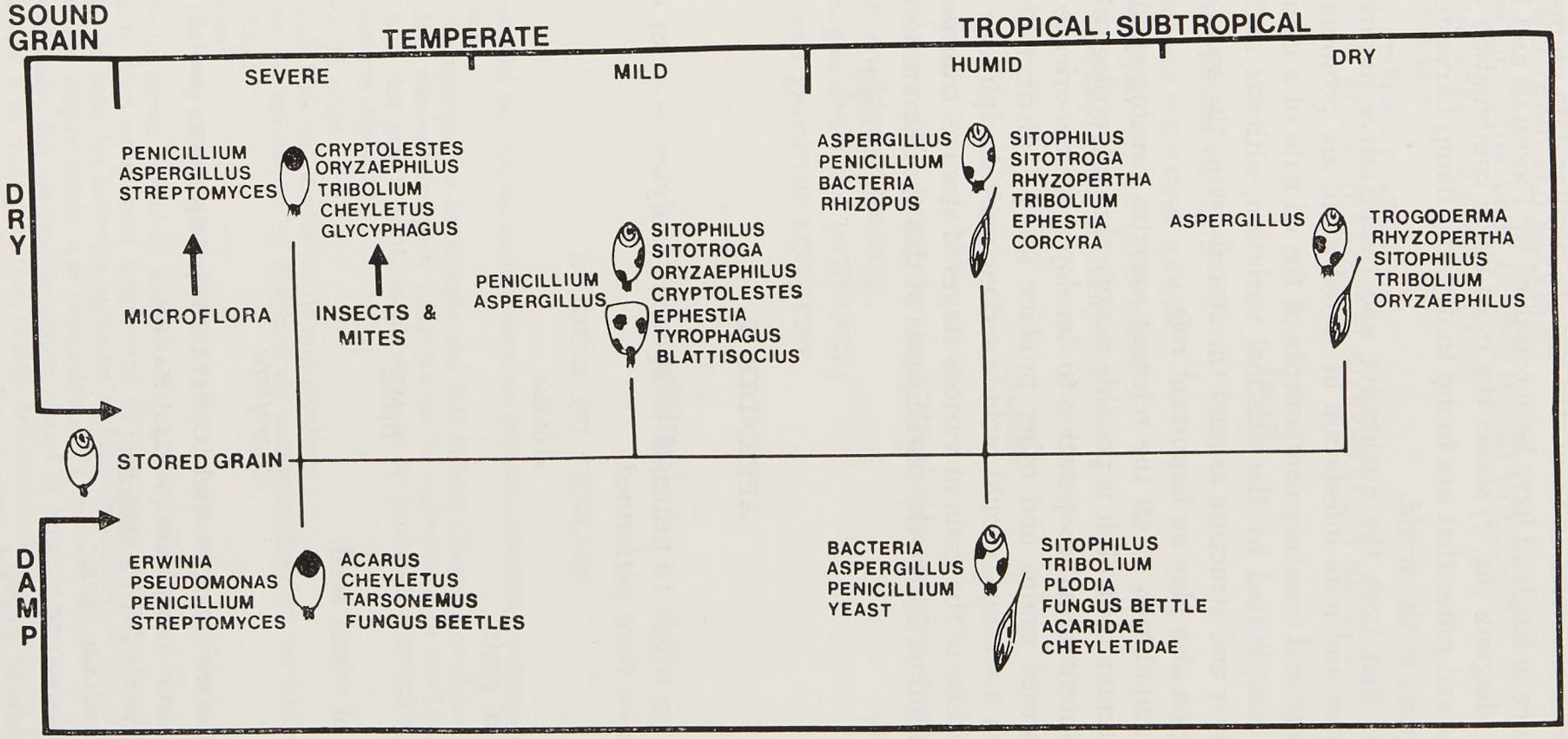


FIG. 7. — *A schema showing the most likely combination of micro-organisms, insects, and mites associated with grains stored in major climates of the world*

gillus in imported grain than any other type of micro-organism. Table 1 shows the frequency of occurrence of the 5 commonest species of these 2 genera in grain imported from various countries and climatic regions. Similar data on insects imported with stored produce in England have been compiled by FREEMAN and HEAPE (1969).

A schematic diagram (fig. 7) shows the most likely combination of micro-organisms and insects and mites that are found in dry and damp harvested grain in the four climatic regions of the world.

It is obvious that both the qualitative and quantitative nature of microbial infection and insect and mite infestation of stored grain are profoundly influenced by the temperature and moisture components of the climate of a country. Climatic effect is further complicated by the seasonal variation, altitude and adequacy of the protective cover and structure around the stored grain; the socio-economic traditions of the region also play an important role.

Although manipulation of all the relevant variates causing spoilage of stored grain is beyond human control, it is possible mainly through ecological and climatic information and international cooperation to develop a system-oriented strategy for preservation of stored grains and other produce for 4-8 distinct climatic regions of the world. Such a strategy should include serious multidisciplinary research projects on the conditions of the grain at various stages of storage, transportation, marketing and consumption. I urge the participants of this symposium to work towards this long-term goal.

APPENDIX I

The variates on which 10 principal component analyses — 1 for each year for granaries 1 and 2 — were performed.

Abiotic

Temperature of grain.
Moisture.

Biotic

Germination of wheat seed.

Microflora

Absidia lichtheimii (LUCET and CONSTANTIN) LENDNER (= *A. corymbifera* LICHTH.) and *A. orchidis* (VUILL.) HAGEM.;
Alternaria alternata (Fr.) KEISSLER;
Aspergillus candidus LINK;
Aspergillus flavus LINK;
Aspergillus glaucus group;
Aspergillus nidulans (EIDAM) WINT.;
Aspergillus repens DE BARY;
Aspergillus versicolor (VUILL.) TIRABOSCHI;

Bacteria
Cladosporium cladosporioides (FRES.) DE VRIES ;
Drechslera sorokiniana (SACC.) SUBRAM. de JAIN (= *Helminthosporium sativum* PAMMEL, KING and BAKKE) ;
Fusarium spp. principally *F. poae* (PECK) WOLLENW. ;
Nigrospora sphaerica (SACC.) MASON ;
Penicillium spp. ;
Rhizopus arrhizus FISCHER ;
Streptomyces griseus (KRAINSKY) WAKSMAN and HENRICI.

Insects

Ahasverus advena (WALTL) ;
Cephalonomia waterstoni GAHAN ;
Cryptolestes ferrugineus (STEPHENS) ;
Psocoptera (*Lepinotus* and *Liposcelis*).

Acarina

Acarus siro L.,
Androlaelaps casalis (BERLESE) and *Blattisocius keegani* FOX ;
Cheyletus eruditus (SCHRANK) ;
Glycyphagus destructor (SCHRANK) ;
Tarsonemus granarius LINDQUIST.

RÉSUMÉ

ÉCOLOGIE DU STOCKAGE

Du grain stocké en vrac ou en sacs dans un grenier constitue un écosystème d'énergie limitée, créé par l'homme.

Tout agent physique ou biologique qui fait baisser l'énergie contenue dans cet écosystème diminue sa valeur alimentaire pour l'homme ou les animaux. Les modifications qui conduisent à la détérioration des grains sont nombreuses et se produisent irrégulièrement. L'importance de ces détériorations dépend :

1° du type de grain ;
2° des conditions de récolte et de pré-stockage ;
3° du type de microflore et d'agents de contamination qui envahissent le grain pendant le stockage ;
4° du climat ;
5° du modèle de grenier qui influe sur l'effet du climat sur le grain et ses contaminants.

L'écologie du grain stocké se comprend mieux si les multiples modalités d'infestation sont étudiées à l'aide d'un ordinateur employant les méthodes d'approximation à la fois inductives et déductives. De tous les facteurs agricoles et socio-économiques qui peuvent intervenir, c'est le climat, souvent imprévisible, qui détermine de la manière la plus prépondérante le degré de stabilité du stockage. En général, le climat chaud et humide des régions tropicales est le plus souvent favorable à la multiplication rapide des agents destructeurs les plus actifs, tandis que, dans les régions tempérées, le climat sec et frais favorise un développement plus lent d'espèces moins destructives. En utilisant une classification reconnue des types de climats, on a tenté d'établir des liens entre les organismes détériorant les produits stockés et la stabilité des grains, dans les principales régions productrices de grains du monde.

ZUSAMMENFASSUNG

ÖKOLOGIE DER LAGERUNG

Loses oder in Säcken auf Speichern gelagertes Korn, wird als ein von Menschen entwickeltes « Ökosystem » von begrenzter Energie bezeichnet. Jeder biologische oder physikalische Faktor, der die Energie dieses Ökosystems herabsetzt, vermindert seinen Nährwert für Menschen und Tiere. Veränderungen die zum Getreideverderb führen, sind mannigfaltif und kommen nicht immer in gleicher Weise vor. Die Veränderungen hängen von folgenden Faktoren ab :

1. Kornart ;
2. Zustand bei der Ernte und Lagerung ;
3. Art der Mikroflora und Schädlinge, die das Korn während der Lagerung befallen ;
4. Klima ;
5. Bauart des Bodens, von der die Auswirkungen des Klimas und der Schädlinge auf das Korn abhängen.

Die Ökologie von gelagertem Getreide wird am besten verstanden wenn die zahlreichen Wege der Infizierung durch einen Komputer mit induktiven und deduktiven Approximationsmethoden untersucht werden. Unter all den landwirtschaftlichen und sozialökonomischen Faktoren, ist es vor allem das nicht vorauszusehende Klima, das die Lagerungs-stabilität des Korns bestimmt. Im allgemeinen schafft feuchtes heisses Klima der tropischen Gegenden, die günstigsten Bedingungen für einen schnellen Ansteig der Infizierungen in gelagertem Korn. Dagegen entwickeln sich weniger destruktive Schädlinge langsamer in Gebieten mit kühlem und trockenen Klima. Mit Hilfe einer anerkannten Klimaklassifizierung wurde versucht, eine Beziehung zwischen destruktiven Organismen der Lagerung und der Lagerungsstabilität von Korn in den hauptsächlichen Getreideanbaugebieten der Welt herzustellen.

REFERENCES

Anderson J. A., Alcock A. W., 1954. Storage of cereal grains and their products. *Amer. Ass. Cereal Chem. St. Paul, Minnesota*, 515 p.

Burges H. D., Burrell N. J., 1964. Cooling bulk grain in the british climate to control storage insects and to improve keeping quality. *J. Sci. Food Agric.*, **1**, 32-50.

Christensen C. M., Kaufmann H. H., 1969. *Grain storage — the role of fungi in quality loss.* Univ. of Minnesota Press, Minneapolis, 153 p.

Clarke J. H., 1968. Fungi in stored products. *Trop. stored Prod. Inf.*, (15), 3-14.

Cotton R. T., Walkden H. H., White G. D., Wilbur D. A., 1960. Causes of outbreaks of stored-grain insects. *Agr. expt. Sta. Kansas State Univ. and U. S. Dep. Agric. Bull.*, (416), 35.

Freeman J. A., Heape R. J., 1969. Infestation problems of imports, Appendix I, 86-112. In *Infestation Control Laboratory, Rept. for 1965-67*, H. M. Stationery Office, London.

Graham W. M., 1970. Warehouse ecology studies of bagged maize in Kenya. II. Ecological observations of an infestation by *Ephestia (cadra) cautella* (walker) (Lepidoptera, Phycitidae). *J. stored Prod. Res.*, (6), 157-167.

Hall D. W., 1970. *Handling and storage of food grains in tropical and subtropical areas.* F. A. O. Agr. Dev. Paper n° 90, Rome, 350 p.

Howe R. W., 1965. A summary of estimates of optimal and minimal conditions for population increase of some stored products insects. *J. stored Prod. Res.*, (1), 177-184.

Howe R. W., 1970. Insects attacking seeds during storage, chapter 4, 247-300. In Kozlowski, *Seed biology*. Vol. 3. *Insects and seed collection, storage, testing and certification.* Academic Press, New York and London.

Hughes A. M., 1961. The mites of stored food. *Min. Agr. Fish. Food, tech. Bull.*, (9), H. M. Stationery Office. London, 287 p.

Joffe A., 1958. Moisture migration in horizontally-stored bulk maize : the influence of grain-infesting insects under South African conditions. *South African J. agric. Sci.*, **1** (2), 175-193.

Kiritani K., 1958. On the distribution and seasonal prevalence of stored grain insects in farm premises. *Botyu-Kagaku*, (23), 164-172.

KIRITANI K., MURAMATSU T., YOSHIMURA S., 1959. Fauna of storage pests of south-east Asian produce imported in Japan. *Osaka Plant Prot.*, **7** (5/6), 184-207. (In Japanese).

LINDEMAN R. L., 1942. The trophic-dynamic aspect of ecology. *Ecology*, (23), 399-418.

LISCOMBE E. A. R., WATTERS F. L., 1962. Insect and mite infestations in empty granaries in the prairie provinces. *Con. Entomol.*, (94), 433-441.

MACHACEK J. E., CHEREWICK W. J., MEAD H. W., BROADFOOT W. C., 1951. A study of some seed-borne diseases of cereals in Canada. II. Kinds of fungi and prevalence of disease and in cereal seeds. *Sci. Agr.*, (31), 193-206.

MARGALEF R., 1963. On certain unifying principles in ecology. *Amer. Naturalist*, (97), 357-374.

ODUM H. T., 1957. Trophic structure and productivity of Silver Springs. *Ecol. Monogr.*, (27), 55-112.

OXLEY T. A., 1948. *The scientific principles of grain storage.* Northern Publishing Co. Ltd. Liverpool, 103 p.

PANASENKO V. T., 1967. Ecology of microfungi. *Bot. Rev.*, (33), 189-215.

PELHATE J., 1968. *Contribution à l'étude écologique des moisissures des blés de conservation.* D. Sc. Thèses. Univ. of Rennes, France, 67 p. (In French).

SAPONARO A., MADALUNI A. L., 1960. Ricerche sulla microflora del grano conservato in magazzino *Boll. Staz. Pat. veg. Roma.*, Ser. 3, (17), 247-266. (In Italian).

SASA M., 1965. *Mites, an introduction to classification, bionomics and control of Acarina.* Univ. Tokyo Press, Tokyo. 486 p. (In Japanese).

SINHA R. N., 1963. Stored products Acarology in Canada, 70-88. In NAEGELE, *Advances in Acarology.* Cornell Univ. Press, Ithaca.

SINHA R. N., 1964. Ecological relationships of stored-products mites and seed-borne fungi. *Proc. 1st Int. Congr. Acarology, Acarologia*, (6), 372-389.

SINHA R. N., 1965. Insects associated with stored products in Canada. *Can. Insect Pest Rev.*, Suppl. 2. 47 p.

SINHA R. N., 1968. Seasonal changes in mite populations in rural granaries in Japan. *Ann. Entomol. Soc. Amer.*, (61), 938-949.

SINHA R. N., WALLACE H. A. H., 1966. Ecology of insect-induced hot spots in stored grain in Western Canada. *Res. Popul. Ecol.*, (8), 107-132.

SINHA R. N., MUIR W. E., 1973. *Grain storage — part of a system.* The Avi Publishing Co., Inc. Westport. 471 p.

SMITH C. V., 1969. Meteorology and grain storage. *World Meteorol. Organ., Tech. Note 101*, 65 p.

SOLOMON M. E., 1969. Establishment, growth and decline of populations of the grain mite *Acarus siro* L. on handful of wheat. 255-260 pp. In *Proc. 2nd. Int. Congr. Acarology, 1967.* Akademiai Kiado Budapest.

TREWARTHA G. T., 1968. *An introduction to climate.* McGraw-Hill Book Co., New York, 408 p.

TRISVYATSKII L. A., 1966. *Khranenie zerna.* (In Russian). Kolos, Moscow. 407 p. (English translation by D. M. KEANE, Vols. **1-3**, 1969. Nat. Lending Library for Sci. Technol. Boston Spa, England. 845 p.).

TSURUTA O., 1970. Micro-organisms in stored grains. 137-196. In *Training in storage and preservation of food grains* (A. P. O. Project T. R. C./N/68). Asian Productivity Organization, Tokyo. 307 p.

WALKDEN H. H., 1951. Farm storage of cereal grains. *Milling Production.* October.

WALLACE H. A. H., 1973. Fungi and other organisms associated with stored grain. Chapter 4, 71-98. In SINHA R. N., and MUIR W. E., *Grain storage — part of a system.* 471 p. Avi Publishing Co., Inc.

WATTERS R. L., 1955. Entomological aspects of bulk grain storage in the Prairie Provinces. *Proc. Entomol. Soc. Manitoba*, (11), 28-37.

YOSHIDA T., KAWANO K., 1958. Seasonal fluctuation of the number of insects in the grains stored at farm house. I. The ecological studies of the pests infesting stored grains. Part. 2. *Mem. Fac. Liberal Arts and Educ., Miyazaki Univ., Nat. Sci.*, **5**, 11-23 (In Japanese).

ZAKHAVATKIN A. A., 1941. *Fauna of U. S. S. R. Arachnoidea.* 6 (1). *Tyroglyphoidea* (Acari). (In Russian.) English translation by RATCLIFFE A. and HUGHES A. M., 1959. Amer. Inst. Biol. Sci., Washington, D. C. 573 p).

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (3), 371-380.

EFFETS DE LA CONSERVATION A TEMPÉRATURE ET HUMIDITÉ CONTRÔLÉES SUR LA COMPOSITION CHIMIQUE DES PRODUITS DE MOUTURE DU MIL

E. CARNOVALE et G. B. QUAGLIA

Istituto nazionale della Nutrizione,
Città universitaria,
Roma (Italie)

RÉSUMÉ

Le mil, céréale typique de l'Afrique centrale, exige, après la mouture, une brève période de conservation du fait qu'il est techniquement difficile de séparer le germe du grain.

Nous avons aussi entrepris une étude sur les variations que subissent les composants des différents produits de mouture du mil à une température de 30°C et avec 95 p. 100 d'humidité relative. Ces conditions reproduisent autant que possible les caractéristiques climatiques de l'Afrique équatoriale.

Sur ces échantillons ont été effectuées, pendant trois mois et par intervalles d'un mois, les déterminations suivantes :

— humidité et extraits éthérés ;
— analyse spectrophotométrique par IR de l'extrait acétonique ;
— composition en pourcentage des acides gras par chromatographie en phase gazeuse ;
— composition en acides aminés libres et totaux par chromatographie d'échange d'ions.

D'après les résultats obtenus, on peut conclure que les conditions du milieu utilisées sont telles qu'elles modifient en particulier la composition en lipides de tous les produits de mouture du mil. Cela entraîne non seulement une variation du rapport entre les lipides polaires et non polaires, mais aussi la formation d'acides gras libres.

INTRODUCTION

Le mil, céréale typique de l'Afrique centrale, pourrait connaître une plus large diffusion dans ce pays si ses produits de mouture n'avaient pas une durée de conservation limitée. En effet, les technologies de décortication et de mouture employées pour cette céréale ne permettent pas de séparer entièrement le germe de la partie restante du grain, et par conséquent, puisque le germe contient une quantité considérable de lipides, ceux-ci sont absorbés par les produits de mouture en y entraî-

nant une altération rapide, due principalement à une hydrolyse enzymatique des lipides favorisée par le climat chaud-humide.

De toute façon, il est possible d'augmenter la durée de conservation si l'on soumet le produit, dès sa mouture, à un traitement thermique avec courant d'air à 110-130°C (Rapport FAO, 1971).

Dans ce cadre général, nous avons entrepris une recherche visant à établir la durée exacte de conservation des divers produits de mouture du mil dans les conditions de température et d'humidité qui reflètent le plus fidèlement possible le climat de l'Afrique centrale, sans effectuer le traitement de stabilisation thermique.

MATÉRIEL ET MÉTHODES

Le mil a été moulu dans une industrie spécialisée dans ce type de mouture. La décortication a été effectuée avec une perte de 23 p. 100. On a procédé ensuite à la mouture du mil en obtenant les produits suivants :

	Rendement (p. 100)
semoule grosse	25,1
semoule fine	58,1
farine basse	14,9
rebuts	1,8

On a conservé ces produits de mouture pendant 3 mois dans une chambre climatisée à température de 30°C et avec une humidité relative de 95 p. 100.

Pour déterminer la stabilité des divers produits on a effectué les analyses suivantes :

— humidité, avec la méthode de l'ICC ;
— extrait éthéré ;
— protéines avec la méthode de Kjeldahl ;
— composition en acides gras de l'extrait éthéré par chromatographie en phase gazeuse ;
— composition en acides aminés libres et totaux par chromatographie sur échangeurs d'ions (Speckman *et al.*, 1958) ;
— détermination de l'acidité libre par absorption du groupe fonctionnel -COOH dans l'IR à la fréquence de 1 710 cm^{-1} (Olivi *et al.*, 1967 ; Freeman, 1968) ;
— modification de la composition en lipides polaires et non polaires par spectrophotométrie dans l'IR (Notarnicola, 1967 ; Pizzoli *et al.*, 1967 ; Freeman, 1968).

RÉSULTATS

Dans le tableau 1, nous avons porté la teneur en humidité des échantillons de mil conservés pendant 3 mois dans une chambre climatisée ; on peut observer que l'humidité augmente en particulier au cours du deuxième mois de conservation.

TABLEAU 1

Variation de l'humidité au cours de la conservation (p. 100)

	Après 1 mois	Après 2 mois	Après 3 mois
Mil	12,45	—	—
Mil décortiqué	13,35	15,35	16,25
— Semoule grosse	12,90	15,58	16,30
— Semoule fine	13,08	15,10	16,40
— Farine basse	13,40	14,90	16,35

TABLEAU 2

Variation de la teneur en lipides (extrait éthéré) au cours de la conservation (p. 100 m. s.)

	Après 1 mois	Après 2 mois	Après 3 mois
Mil	4,46	—	—
Mil décortiqué	2,34	2,08	1,92
— Semoule grosse	1,10	1,11	0,80
— Semoule fine	1,35	0,99	0,90
— Farine basse	4,00	3,14	0,93

TABLEAU 3

Teneur en protéines (N × 6,25)
(p. 100 m. s.)

	Après 1 mois	Après 2 mois	Après 3 mois
Mil	12,8	—	—
Mil décortiqué	14,1	14,2	14,2
— Semoule grosse	14,5	14,6	14,4
— Semoule fine	14,6	14,7	14,8
— Farine basse	10,2	10,3	10,4

L'examen des résultats obtenus par extraction à l'éther (tabl. 2) met en évidence une diminution considérable des lipides surtout dans les farines basses du mil qui sont, parmi les échantillons considérés, celles dont la teneur en lipides est la plus élevée. On peut voir, en outre, que les pertes les plus sensibles se produisent entre le deuxième et le troisième mois de conservation.

Les valeurs résultant de l'analyse des protéines sont groupées dans le tableau 3. D'après les résultats obtenus, on peut constater que la teneur en protéines des farines obtenues de la mouture du mil, conservées dans un milieu chaud et humide, ne présente pas des variations significatives.

Les tableaux suivants montrent les données relatives à la composition en acides gras des extraits éthérés analysés comme esters méthyliques par chromatographie en phase gazeuse et exprimés en pourcentage par rapport aux acides gras totaux (tabl. 4, 5, 6).

TABLEAU 4

Variation de la teneur en acide palmitique au cours de la conservation (1)

	Après 1 mois	Après 2 mois	Après 3 mois
Mil	7,2	—	—
Mil décortiqué	9,2	9,7	9,8
— Semoule grosse	8,8	9,1	6,6
— Semoule fine	8,9	9,6	6,0
— Farine basse	7,8	7,5	3,3

(1) Valeurs exprimées en pourcentage par rapport aux acides gras totaux.

TABLEAU 5

Variation de la teneur en acide stéarique au cours de la conservation (1)

	Après 1 mois	Après 2 mois	Après 3 mois
Mil	1,6	—	—
Mil décortiqué	2,0	1,7	1,8
— Semoule grosse	1,8	2,1	2,1
— Semoule fine	1,8	1,9	1,7
— Farine basse	1,9	1,9	1,5

(1) Valeurs exprimées en pourcentage par rapport aux acides gras totaux.

On voit dans le tableau 4 que l'acide palmitique subit une perte dans la semoule grosse et fine et surtout dans les farines basses entre le deuxième et le troisième mois de conservation. Des variations identiques, même si moins accentuées, se véri-

TABLEAU 6

Variation de la teneur en acide oléique au cours de la conservation (1)

	Après 1 mois	Après 2 mois	Après 3 mois
Mil	23,4	—	—
Mil décortiqué	22,1	23,2	23,4
— Semoule grosse	23,0	21,2	21,9
— Semoule fine	21,4	22,0	21,1
— Farine basse	23,2	23,3	22,5

(1) Valeurs exprimées en pourcentage par rapport aux acides gras totaux.

TABLEAU 7

Variation de la teneur en acide linoléique au cours de la conservation (1)

	Après 1 mois	Après 2 mois	Après 3 mois
Mil	66,0	—	—
Mil décortiqué	64,6	64,0	64,0
— Semoule grosse	64,7	66,4	69,5
— Semoule fine	66,2	65,1	71,2
— Farine basse	65,4	65,8	72,8

(1) Valeurs exprimées en pourcentage par rapport aux acides gras totaux.

TABLEAU 8

Variation de la teneur en acide linolénique au cours de la conservation (1)

	Après 1 mois	Après 2 mois	Après 3 mois
Mil	1,7	—	—
Mil décortiqué	2,0	1,5	0,8
— Semoule grosse	1,7	1,3	traces
— Semoule fine	1,6	1,4	traces
— Farine basse	1,6	1,4	traces

(1) Valeurs exprimées en pourcentage par rapport aux acides gras totaux.

fient pour les acides stéarique et oléique contenus dans la farine basse du mil, alors que la composition des autres produits de mouture en acides demeure assez stable.

Entre le deuxième et le troisième mois de conservation, on observe aussi un accroissement de l'acide linoléique dans tous les produits de mouture du mil, sauf le mil décortiqué (tabl. 7).

Par contre, à mesure que la période de conservation se prolonge, l'acide linolénique diminue jusqu'à l'état de traces par rapport à la quantité des autres acides gras (tabl. 8).

Dans les tableaux suivants figurent les absorptions obtenues à l'aide de spectres dans l'IR des extraits acétoniques. Les valeurs relatives à l'absorption ont été estimées en les rapportant aux valeurs relatives à une solution contenant 1 gramme d'extrait acétonique pour 100 ml de tétrachlorure de carbone.

TABLEAU 9

Variation de l'absorption du groupe fonctionnel -COOH contenu dans l'extrait acétonique au cours de la conservation

(γ = 1 710 cm^{-1})

	Après 1 mois	Après 2 mois	Après 3 mois
Mil	0,44	—	—
Mil décortiqué	1,30	2,00	2,20
— Semoule grosse	1,22	1,70	1,80
— Semoule fine	1,22	1,64	1,75
— Farine basse	1,39	2,00	2,42

TABLEAU 10

Variation de l'absorption des groupes fonctionnels -COOR (γ = 1 160 cm^{-1}), *caractéristiques des triglycérides, et -OH et P-O-C* (γ = 1 070 cm^{-1}), *caractéristiques des lipides polaires et de leur rapport au cours de la conservation*

	Après 1 mois			Après 2 mois			Après 3 mois		
	A_{1160}	A_{1070}	$R = \frac{A_{1160}}{A_{1070}}$	A_{1160}	A_{1070}	$R = \frac{A_{1160}}{A_{1070}}$	A_{1160}	A_{1070}	$R = \frac{A_{1160}}{A_{1070}}$
Mil	0,71	0,25	2,84	—	—	—	—	—	—
Mil décortiqué	0,51	0,27	1,89	0,41	0,25	1,64	0,32	0,24	1,33
— Semoule grosse	0,52	0,27	1,89	0,38	0,25	1,52	0,34	0,25	1,36
— Semoule fine	0,49	0,26	1,88	0,39	0,26	1,50	0,32	0,24	1,33
— Farine basse	0,53	0,22	2,41	0,24	0,18	1,33	0,22	0,20	1,10

L'absorption du groupe -COOH (tabl. 9) augmente sensiblement pendant la conservation, en montrant, par conséquent un niveau d'acidité libre plus élevée dans tous les échantillons et surtout dans la farine basse.

TABLEAU II

Composition en acides aminés

(p. 100 de protéines)

Acides aminés	Mil	Mil décortiqué		Farine basse		
		après 1 mois	après 3 mois	après 1 mois	après 2 mois	après 3 mois
Lysine	1,645	1,111	1,071	1,777	1,705	1,812
Histidine	1,889	2,006	1,848	1,924	1,910	1,954
NH_3	2,595	2,178	3,064	3,091	2,780	2,920
Arginine	3,197	2,324	2,356	3,366	3,348	3,252
Acide aspartique	6,011	5,656	5,616	6,080	5,813	5,748
Thréonine	3,010	2,739	2,871	2,988	3,080	3,005
Sérine	6,241	6,381	5,991	6,152	5,995	5,810
Acide glutamique	21,642	22,727	22,521	21,377	21,808	21,484
Proline	6,876	6,915	6,850	6,274	6,303	6,810
Glycine	2,322	1,768	1,842	2,398	2,410	2,373
Alanine	10,210	10,735	10,777	10,108	10,262	10,136
Cystine	1,645	1,600	1,462	1,857	1,850	1,857
Valine	4,977	4,849	4,949	5,131	5,223	4,964
Méthionine	2,539	2,862	2,756	2,555	2,411	2,539
Isoleucine	3,878	4,011	3,961	3,924	4,070	4,034
Leucine	11,772	12,653	12,572	11,816	12,042	11,860
Tyrosine	3,288	3,088	2,952	3,130	3,094	3,260
Phénylalanine	5,028	5,350	5,220	4,958	4,704	5,096
Tryptophane	1,234	1,050	1,323	1,100	1,197	1,089

TABLEAU 12

Composition en acides aminés

(p. 100 de protéines)

	Semoule fine			Semoule grosse		
	après 1 mois	après 2 mois	après 3 mois	après 1 mois	après 2 mois	après 3 mois
Lysine	1,062	0,980	1,046	0,999	0,936	0,946
Histidine	1,872	1,779	1,725	1,848	1,841	1,713
NH_3	2,948	2,959	2,960	2,864	2,989	3,112
Arginine	2,258	2,224	2,147	2,104	2,238	1,981
Acide aspartique	5,245	5,350	5,412	5,284	5,348	5,328
Thréonine	2,720	2,554	2,766	2,737	2,752	2,799
Sérine	6,210	6,494	6,175	6,141	5,881	6,024
Acide glutamique	22,386	23,049	22,864	22,613	22,642	22,854
Proline	8,003	6,885	7,195	7,437	6,998	7,013
Glycine	1,666	1,690	1,704	1,630	1,649	1,605
Alanine	11,048	10,924	10,760	10,909	10,841	10,809
Cystine	1,655	1,557	1,593	1,629	1,608	1,426
Valine	4,538	4,427	4,954	4,740	4,829	4,892
Méthionine	2,438	2,531	2,441	2,499	2,502	2,500
Isoleucine	3,836	3,917	4,056	4,023	4,004	4,016
Leucine	12,976	12,797	12,646	12,891	12,789	12,819
Tyrosine	2,652	3,141	3,067	2,993	3,471	3,487
Phénylalanine	5,400	4,955	5,247	5,442	5,488	5,551
Tryptophane	1,089	1,262	1,219	1,221	1,200	1,128

L'absorption du groupe -COOR, caractéristique des triglycérides (tabl. 10) diminue sensiblement, montrant ainsi un phénomène de séparation enzymatique hydrolytique au détriment de ces constituants lipidiques, comme on l'a déjà vu auparavant, notamment dans la farine basse, tandis que l'absorption des groupes -OH et P-O-C, caractéristiques des glycolipides et des phospholipides, ne présente pas de variations considérables ; cela confirme une plus grande stabilité de ces constituants lipidiques polaires vis-à-vis des constituants précédents.

Cette observation est mise encore plus en évidence par les indices de la troisième colonne de chaque épreuve obtenue en comparant entre elles les deux absorptions ; on peut noter une diminution de cette valeur, qui confirme une moindre stabilité des triglycérides vis-à-vis des autres lipides polaires.

En ce qui concerne les effets du milieu chaud-humide sur les substances azotées, aucune variation n'a été observée dans les protéines totales. Même la composition des protéines en acides aminés (tabl. 11 et 12) demeure constante par rapport au temps ; tous les produits de mouture du mil, en effet, présentent, après 3 mois de conservation, presque la même composition en acides aminés que les produits de départ.

TABLEAU 13

Composition en acides aminés libres

(mg/100 g m. f.)

Acides aminés	Farine basse		Semoule fine		Semoule grosse	
	après 1 mois	après 3 mois	après 1 mois	après 3 mois	après 1 mois	après 3 mois
Acide aspartique	2,580	0,182	2,740	0,470	3,690	0,645
Thréonine	0,290	traces	0,335	traces	0,411	0,085
Sérine	0,750	0,192	0,650	0,410	0,923	0,360
Glutamine	4,040	traces	5,725	traces	8,271	0,190
Proline	0,645	—	0,740	—	0,920	—
Acide glutamique	4,370	0,341	5,505	1,230	6,860	1,700
Glycine	1,060	0,050	0,885	traces	0,990	0,225
Alanine	1,460	0,195	1,780	traces	2,160	0,175
Valine	0,405	—	0,375	—	0,575	traces
Méthionine	0,160	—	0,095	—	0,110	—
Isoleucine	0,210	traces	0,210	traces	0,300	0,070
Leucine	0,400	traces	0,345	traces	0,410	0,155
Tyrosine	0,300	traces	0,485	traces	0,590	0,235
Phénylalanine	0,325	—	0,445	traces	0,415	0,180
Acide aminobutyrique	1,210	—	0,980	—	0,959	—
Ornithine	traces	traces	traces	traces	traces	traces
Ammoniac	3,860	1,080	3,130	1,120	1,865	1,460
Lysine	0,565	traces	0,500	traces	0,562	traces
Histidine	traces	traces	traces	traces	traces	traces
Arginine	1,312	—	traces	traces	traces	—

Par contre, des variations se produisent dans les acides aminés libres, qui, pendant la conservation, subissent un processus de dégradation à un tel niveau qu'après 3 mois tous les constituants ne sont présents qu'en très faibles traces. Tous les produits présentent le même comportement (tabl. 13).

CONCLUSIONS

Les produits de mouture du mil ne peuvent être conservés que pour une période brève à cause des difficultés technologiques que l'on rencontre pour séparer suffisamment le germe de la partie restante du grain et à cause de l'humidité élevée des régions de l'Afrique centrale où ces produits trouvent bien leur marché d'écoulement naturel.

Les analyses que nous avons effectuées sur ces produits ont mis en évidence une variation de la quantité des lipides présents et une stabilité de leur composition en acides aminés au cours de leur conservation dans un milieu humide.

Les altérations se sont vérifiées après le premier mois de conservation dans la chambre climatisée et ont été plus accentuées entre le deuxième et le troisième mois, en montrant ainsi un accroissement de l'acidité libre et une variation de la composition en pourcentage des lipides polaires et non polaires de l'extrait acétonique.

Ces variations indiquent que pendant la période de conservation se produisent des hydrolyses enzymatiques, qui influent d'une manière différente sur les constituants lipidiques ayant une polarité différente et qui provoquent une transformation surtout dans les triglycérides.

La composition en acides gras subit aussi une modification en montrant que non seulement des phénomènes hydrolytiques, mais aussi des réactions d'auto-oxydation, même si ces dernières sont moins accentuées, se produisent dans les acides palmitique, stéarique et linolénique, qui provoquent un accroissement en pourcentage de l'acide linoléique.

Enfin, si l'on compare entre eux les résultats obtenus pour les différents produits de mouture du mil, il est possible de constater que la farine basse est celle qui subit le plus facilement et le plus rapidement des variations, alors que pour les autres produits dérivés ce comportement est presque pareil.

SUMMARY

INFLUENCE OF TEMPERATURE AND MOISTURE CONTROLED PRESERVATION ON THE CHEMICAL COMPOSITION OF MILLING PRODUCTS FROM MILLET

After grinding, millet, a typical central Africa cereal, needs a short storage period because of the technical difficulty in separating germs from grains.

We have also studied the variations undergone by the components of the various milling products of this cereal at 30°C (86°F) and at a relative humidity of 95 p. 100. These conditions reproduce as well as possible the climatic characteristics of equatorial Africa.

The following determinations were done on these samples, during three months with one month intervals :

— moisture content and ether extracts ;
— IR spectrophotomeric analysis of the acetone extract ;

— composition in percents of the fatty acids by gas liquid chromatography ;
— composition in free and total amino-acids by ion exchange chromatography.

The results obtained show that these storage conditions affect in particular the lipid composition of all the milling products of millet. This leads not only to a modification of the proportion of polar and non polar lipids, but also to the production of free fatty acids.

ZUSAMMENFASSUNG

EINFLUSS DER LAGERUNG BEI KONTROLLIERTER TEMPERATUR UND FEUCHTIGKEIT AUF DIE CHEMISCHE ZUSAMMENSETZUNG VON GEMAHLENER HIRSE

Hirse ist das typische Getreide aus Mittelafrika. Nach dem mahlen muss Hirsenmehl eine kurze Zeit gelagert werden, da es auf technischen Wege sehr schwer ist, den Keim vom Korn zu trennen..

Wir haben eine Untersuchung über die Veränderungen im Hirsenmehl bei einer Temperatur von 30°C und 95 p. 100 relativer Luftfeuchtigkeit unternommen. Diese Verhältnisse entsprechen so genau wie möglich den Klimaverhältnissen in Aquatorialafrika.

An den Proben wurden monatlich über einen Zeitraum von 3 Monaten folgende Messungen durchgeführt :

— Feuchtigkeit und Atherextrakt ;
— spektralphotometrische Analyse mit Hilfe der Infrarot-Bestrahlung des Azetonextrakts ;
— anteilbestimmung der Fettsäuren mit Hilfe von GLC (Gas-Flüssigkeits-Chromatographie) ;
— Bestimmung des freien und es gesamten Ameisensäuregehalts mit Hilfe der Ionenaustauscher-Chromatographie.

Nach den erhaltenen Ergebnissen kann man feststellen, daß die angewandten Bedingungen zu Veränderungen der Fettsäuren im Hirsenmehl führten. Dieser Zustand führt nicht nur zur Veränderung des Verhältnisses zwischen polaren und nichtpolaren Lipiden, sondern auch zur Bildung von freien Fettsäuren.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Freeman N. K., 1968. Applications of infrared absorption spectroscopy in the analysis of lipids. *J. amer. Oil Chem. Soc.*, **45**, 798-809.

Notarnicola L., 1967. Spettri infrarossi di trigliceridi. *Riv. it. Sost. grasse*, **44**, 72-74.

Olivi M., Lombardi S., 1967. Influenze dell'acidità delle paste sui risultati del metodo Brogioni-Franconi. *Techn. Molitoria*, **2**, 215-221.

Pizzoli E. M., De Marco O., Notarnicola L., 1967. Spettri infrarossi di fosfolipidi. *Riv. it. Sost. grasse*, **44**, 62-67.

Rapport technique FAO, AGS : SF/NER 9, 1971.

Spackman D. H., Stein W. H., Moore S., 1958. Automatic recording apparatus for use in the chromatography of amino acids. *Anal. Chem.*, **30**, 1190-1206.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (3), 381-387.

INFLUENCE DES CONDITIONS DE CONSERVATION SUR LA CAPACITÉ GERMINATIVE DES GRAINS DE SEIGLE

Krystyna CIENSKA et Janine SCHNEIDER

Institut de Sélection et d'Acclimatation des Plantes,
Section de Biologie et de Conservation des Semences,
Wroclaw (Pologne)

RÉSUMÉ

Nous avons effectué 2 séries d'expériences sur la conservation des grains de seigle dans différentes conditions.

1° Des lots de seigle de la récolte 1970 d'une humidité de 9-11-13,3-14,6 et 15,7 p. 100 ont été placés dans des récipients hermétiques de verre. Ces récipients étaient conservés à la température d'environ 0°C, 25°C et dans un entrepôt non chauffé. Dix mois plus tard, nous avons constaté que les grains placés à la température de 0°C ont gardé une faculté germinative intacte indépendamment de l'humidité des grains. Dans l'entrepôt, nous avons constaté une légère détérioration de cette faculté dans les grains d'une humidité de 14,6 p. 100. A la température de 25°C, les grains dont l'humidité allait jusqu'à 11 p. 100 se sont bien conservés, mais les grains d'une humidité de 13,3 p. 100 ont laissé apparaître après quelques mois une baisse sensible de leur faculté germinative ; après 10 mois d'expériences en cours, cette faculté a baissé jusqu'à 33 p. 100. Lorsque l'humidité des grains variait d'environ 15 à 16 p. 100, cette dégradation a commencé dès le premier mois et 4 mois plus tard leur faculté germinative a complètement disparu.

2° Les lots de seigle de la récolte 1970 ont été conservés dans des sacs de toile dans 7 situations différentes : à la température d'environ 1°C, dans un entrepôt non chauffé ainsi que dans des hygrostats à une humidité relative d'environ 30-40-50-60-70 p. 100 et à une température variable (d'une moyenne de 16 à 22°C). Les résultats obtenus durant 10 mois d'expériences en cours sont les suivants : les grains à l'humidité allant jusqu'à 12 p. 100 n'ont pas perdu leur faculté germinative ; dans les grains à 13 p. 100, cette faculté a baissé d'environ 10 p. 100, et dans les grains à 14 p. 100, cette faculté s'est sensiblement détériorée.

Le seigle occupe en Pologne environ 41 p. 100 des surfaces cultivées en céréales, ce qui est lié, entre autres, aux conditions pédologiques et climatiques de ce pays. Venant après l'Union soviétique, la Pologne est ainsi le deuxième producteur mondial de seigle (Annuaire statistique 1971, Varsovie).

On est donc amené à entreposer des quantités énormes de cette semence, qu'il est parfois nécessaire de conserver pendant deux ans. Selon BIASUTTI OVEN (1956), LITYNSKI et CHUDOBA (1964) et selon notre propre expérience, le grain de seigle perd sa capacité germinative plus rapidement que l'avoine, l'orge et le blé.

Quelques auteurs ont étudié l'influence de différentes conditions de conservation sur les semences de seigle (BIASUTTI OVEN, 1956 ; KREYGER, 1963 ; SIJBRING, 1963 ; KOOPMAN, 1965). Mais ces informations relativement limitées exigent d'être complétées, la nécessité d'approfondir très rapidement ce problème s'imposant chez nous pour les institutions qui travaillent sur les semences.

I. — MATÉRIEL ET MÉTHODES

Les expériences relatées ci-dessous ont été effectuées sur des grains de seigle d'hiver, récoltés en 1970.

Expériences 1.

Pour les grains de seigle de variété *Dankowskie Selekcyjne*, le témoin a été reçu en février 1971 ; après un stockage initial des grains dans un local dont la température est comprise entre 13°C à 26°C et dont l'humidité relative (HR) varie de 35 à 61 p. 100, les essais ont commencé en août 1971 de la façon suivante.

Le lot de grains, de capacité germinative initiale 96 p. 100 et de teneur en eau 11 p. 100, a été divisé en 5 parties aliquotes ; celles-ci ont été amenées respectivement aux teneurs en eau de 9,0-11,0-13,3-14,6 et 15,7 p. 100 par humidification ou par séchage en présence de silicagel et placées dans des flacons en verre d'environ 2 litres remplis jusqu'aux 3/4 de leur volume total ; afin de les rendre plus étanches, les bouchons ont été enduits de cire. On a ainsi préparé trois séries de flacons contenant les grains de teneurs en eau 9,0-11,0-13,4 et 14,6 p. 100. La première série a été mise au réfrigérateur à une température voisine de 0°C ; la deuxième série a été placée

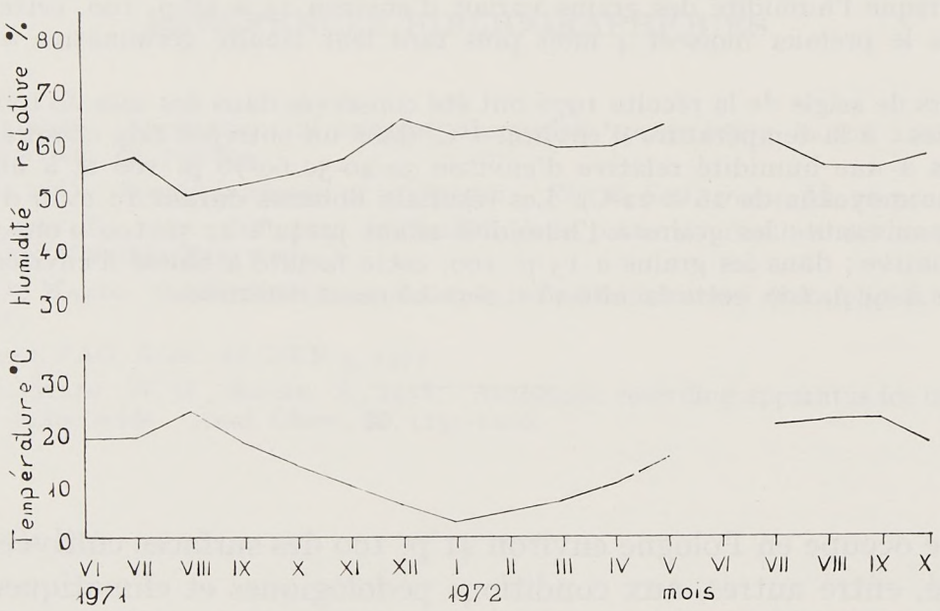


FIG. 1. — *Températures et humidités relatives de l'air dans le local A* (moyennes mensuelles)

dans un local (A) à température variable (fig. 1) ; la dernière série était dans une pièce thermostatée à une température de 25°C. Dans cette dernière pièce, on a en outre stocké les flacons contenant les grains de teneur en eau 15,7 p. 100.

Expériences 2.

Pour les grains de seigle de variété *Dankowskie Zlote*, le premier échantillon a été obtenu en janvier 1971. Après un stockage préliminaire dans un local dont la température variait de 13°C à 24°C et l'HR de 35 à 46 p. 100, on a commencé les essais en juin 1971 de la façon suivante.

Le lot de grains, d'une capacité germinative initiale de 94 p. 100 et de teneur en eau 11,3 p. 100, a été divisé en 7 fractions de 3 kg environ et mis dans des sacs de toile.

Cinq sacs ont été entreposés dans des enceintes hygrométriques réglées aux HR suivantes : 25 à 35, 35 à 45, 45 à 55, 55 à 65, 65 à 75 p. 100 ; les enceintes se trouvaient dans le local B non chauffé, où la température a varié de 10°4 à 27°9C (fig. 2).

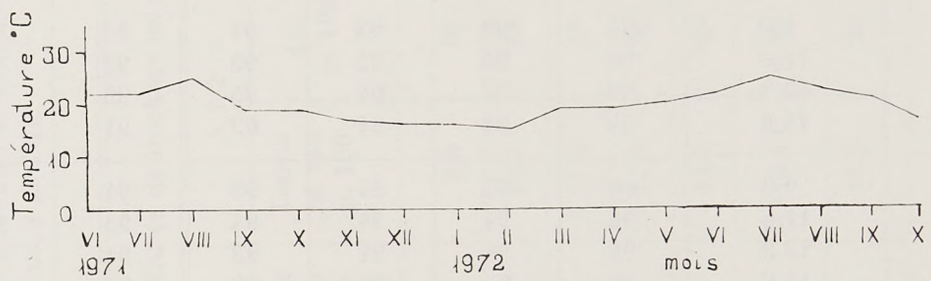


FIG. 2. — *Températures de l'air dans l'enceinte hygrométrique du local B* (moyennes mensuelles)

Le sixième sac a été mis dans un réfrigérateur à une température voisine de 1°C, sans contrôle d'HR, et le septième sac a été laissé dans l'entrepôt où la température a varié de 1°5 à 25°C et l'HR de 48 à 70 p. 100 (fig. 1).

Dans chacune de ces deux expériences, un contrôle de la teneur en eau et de la capacité germinative a été effectué périodiquement. A chaque prélèvement, toutes les précautions ont été prises pour éviter une évolution hydrique (ouverture et fermeture rapides des flacons dont les bouchons étaient scellés par de la cire). Au début de l'expérience 2, la teneur en eau a été contrôlée plus souvent. Dans tous les cas, la teneur en eau est exprimée par rapport à la substance humide et la capacité germinative selon les règles I. S. T. A. (1966) ; la teneur en eau a été déterminée par 4 essais répétitifs et la capacité germinative par 6 essais.

II. — RÉSULTATS

Le tableau 1 montre l'influence de la température sur la conservation des grains de seigle en fonction des différentes teneurs en eau. On observe que tous les échantillons conservés à 0°C ont gardé une capacité germinative élevée jusqu'à la fin des essais, et que la capacité germinative des grains de teneurs en eau 9,0-11,0 et 13,3 p. 100 conservés en entrepôt à température variable (local A) n'a subi aucune modification.

A 25°C, les résultats ont été aussi satisfaisants que possible pour les grains de teneurs en eau 9,0 et 11,0 p. 100. Par contre, la capacité germinative des grains de teneur en eau 14,6 p. 100 a commencé à décroître pour être nulle après 11 mois de stockage. On peut supposer que les températures élevées des mois d'été, entre le 8e et le 14e mois de conservation, en sont la cause.

TABLEAU I

Influence de la température de stockage sur la capacité germinative des grains de seigle à différentes teneurs en eau

Température de stockage	Teneur en eau (%) substance humide	Capacité germinative déterminée après deux mois en p. 100						
		0	2	4	6	8	11	14
0°C	9,0	96	95	93	94	93	96	95
	11,0	96	94	95	93	93	96	97
	13,3	96	92	94	95	95	96	96
	14,6	96	92	94	93	91	95	94
Entrepôt variable (local A)	9,0	96	95	94	93	94	97	96
	11,0	96	94	94	94	93	95	95
	13,3	96	94	91	93	91	94	92
	14,6	96	93	91	88	82	39	13
25°C	9,0	96	92	94	93	90	93	95
	11,0	96	95	96	94	91	94	95
	13,3	96	89	80	61	33	12	0
	14,6	96	81	22	0	—	—	—
	15,7	96	5	—	—	—	—	—

On a remarqué que la température de 25°C a été néfaste pour la conservation de l'échantillon de teneur en eau 15,7 p. 100. Dans ce cas, les grains ont perdu complètement leur capacité germinative après 2 mois de stockage. Même les grains de teneur en eau 13,3 p. 100 ont été sensibles à l'action prolongée de cette température. Il est à remarquer que l'action périodique de la température (24 à 25°C) pendant la conservation des grains dans l'entrepôt A (fig. 1) n'a pas provoqué de changement de capacité germinative.

Le tableau 2 présente les résultats obtenus dans le local B (fig. 2). Après 16 mois de conservation dans des conditions d'HR ne dépassant pas 55 p. 100 (teneur en eau inférieure à 12,7 p. 100), les grains avaient une capacité germinative relativement élevée. A une HR de 55 à 65 p. 100 (teneur en eau 11,8 à 13,2 p. 100) la capacité germinative a diminué de 13 p. 100 après 16 mois de stockage.

Les grains conservés à 65-75 p. 100 d'HR (teneur en eau 13,3 à 15,3 p. 100) ont pratiquement perdu leur capacité germinative après 4 mois et demi de stockage. Après 16 mois de stockage dans l'entrepôt à humidité variable et à température ambiante de l'air, les résultats obtenus étaient satisfaisants.

Dans le réfrigérateur, à la température de 1°C, les grains ont conservé une

TABLEAU 2

Capacité germinative et teneur en eau des grains de seigle conservés dans des conditions différentes de températures et d'humidité relative de l'air

Conditions de stockage		Durée de stockage en mois										
		0		1/2	1 1/2	3 1/2	4 1/2		6	10		16	
		Teneur en eau p. 100	CG p. 100	Teneur en eau p. 100	Teneur en eau p. 100	Teneur en eau p. 100	Teneur en eau p. 100	CG p. 100	Teneur en eau p. 100	Teneur en eau p. 100	CG p. 100	Teneur en eau p. 100	CG p. 100
Local B	25 à 35 HR p. 100	11,3	94	9,4	9,1	8,4	8,6	90	9,3	8,8	88	9,4	88
	35 à 45 HR p. 100	11,3	94	9,8	10,3	10,2	10,1	88	10,7	10,9	89	10,4	90
	45 à 55 HR p. 100	11,3	94	10,8	11,6	11,3	11,1	89	12,7	11,3	89	11,6	87
	55 à 65 HR p. 100	11,3	94	12,5	13,1	12,3	11,8	86	13,2	12,3	82	12,5	81
	65 à 75 HR p. 100	11,3	94	13,3	14,2	14,4	14,0	64	15,3	14,1	13	14,0	0
Entrepôt — temp. variable (local A)		11,3	94	12,0	12,6	11,8	11,8	90	—	12,6	89	12,2	91
1°C		11,3	94	10,3	—	10,8	11,9	92	12,4	12,1	91	11,1	90

CG : Capacité germinative.
HR : Humidité relative.

capacité germinative peu différente de celle de départ. On peut imputer ces bons résultats d'une part aux valeurs relativement basses de l'humidité relative de l'air (valeurs peu élevées des teneurs en eau des grains) et d'autre part au fait que généralement une augmentation de la température de l'air était liée à une baisse de son humidité relative et inversement (fig. 1).

D'une façon générale, on peut cependant remarquer que, même avec une HR peu élevée, la capacité germinative des grains de seigle a toujours diminué.

III. — CONCLUSIONS

Les expériences qui viennent d'être relatées vont être poursuivies. Ce n'est qu'après leur achèvement qu'on pourra préciser les conditions optimales de conservation des grains de seigle et en tirer des conclusions définitives. Actuellement, on ne peut que caractériser les conditions nettement défavorables influant sur la valeur de la capacité germinative. Ces conditions sont définies comme suit.

Pour la conservation des grains à teneurs en eau de 13,3 et 15,7 p. 100 à 25°C, on a constaté une perte complète de la capacité germinative après deux mois de stockage (tabl. 1).

Pour la conservation des grains à 14,6 p. 100 de teneur en eau subissant des variations naturelles de température (local A) on a constaté une perte de capacité germinative après 11 mois (tabl. 1).

Pour la conservation dans les enceintes hygrométriques à une humidité relative de 55 à 65 et de 65 à 75 p. 100, les résultats sont défavorables (tabl. 2).

SUMMARY

EFFECT OF STORAGE CONDITIONS ON CONSERVATION OF RYE SEED GERMINATION CAPACITY

Two series of experiments with rye seed conservation under various conditions have been performed.

1. The rye grains from the harvest of 1970, with moisture contents of 9.0-11.0-13.3-14.6 and 15.7 p. 100, were tightly closed in glass bottles. The bottles were stored at the temperatures of about 0°C, 25°C and in the unheated store-room. After 10 months, it has been stated that the seeds stored at 0°C maintained the unchanged germination capacity irrespectively from the seed moisture. In the store-room, a slight degradation of the seed germination capacity at the moisture content of 14.6 p. 100 has been observed. At the temperature of 25°C, the seeds with moisture content of 11.0 p. 100 have been well conserved ; but the seeds with moisture content of 13.3 p. 100 exhibited already after few months a considerable decrease of the germination capacity ; after 10 months, the germination capacity decreased down to 33 p. 100 ; at the grain moisture content of about 15.0 to 16.0 p. 100, degradation of the germination capacity started already in the first month, and after 4 months there appeared a complete decline of the germination capacity.

2. The rye grains from the harvest of 1970 were stored in cloth sacks in 7 various compartments ; at the cooling-room at about 1°C, in the unheated store-room and in the hygrostats at the air humidity of about 30-40-50-60 and 70 p. 100, and also at the changeable temperature (mean temperature from 16.0 to 22°0C). The results obtained during the 10 months long expe-

riment were as follows : the grain at moisture of up to about 12.0 p. 100 did not lose the germination capacity. The grains with moisture content of about 13.0 p. 100 had the germination capacity reduced by about 10.0 p. 100, and the grain with moisture content of about 14.0 p. 100 exhibited a considerable degradation of the germination capacity.

ZUSAMMENFASSUNG

EINFLUSS DER AUFBEWAHRUNGSBEDINGUNGEN AUF DIE ERHALTUNG DER KEIMFAHIGKEIT DES ROGGENKORNS

Es wurden zwei Versuchsreihen über die Aufbewahrung des Roggenkorns unter verschiedenen Bedingungen durchgeführt.

1. Das Roggenkorn Ernte 1970 mit 9,0-11,0-13,3-14,6 und 15,7 p. 100 Samenfeuchtigkeit wurde in grossen gläsernen Flaschen dicht verschlossen. Die Flaschen wurden in Temperaturen von ca 0°C, 25°C und in einem unbeheiztem Samenlager aufbewahrt. Nach 10 Monaten stellte man fest, dass die Samen bei 0°C unabhängig von der Samenfeuchtigkeit ihre Keimfähigkeit unverändert bewahrt haben. Eine geringe Degradierung der Keimfähigkeit wurde beim Korn mit 14,6 p. 100 Samenfeuchtigkeit festgestellt. Die Temperatur von 25°C erwies sich als eine gute Aufbewahrungsbedingung für das Korn mit bis 11,0 p. 100 Samenfeuchtigkeit; das Korn mit 13,3 p. 100 Feuchtigkeit zeigte dagegen bereits nach einigen Monaten eine beträchtliche Senkung der Keimfähigkeit ; nach 10 Monaten sank die Keimfähigkeit bis auf 33 p. 100. Bei etwa 15,0 bis 16,0 p. 100 Samenfeuchtigkeit erfolgte eine Degradierung der Keimfähigkeit schon im ersten Monat, nach 4 Monaten trat völliger Schwund der Keimfähigkeit.

2. Das Roggenkorn Ernte 1970 wurde in Leinensäckchen in sieben verschiedenen Räumen aufbewahrt : im Kühlschrank bei ca 1°C, im unbeheizten Lager sowie im Hygrostat bei einer Luftfeuchtigkeit von etwa 30, 40, 50, 60 und 70 p. 100 sowie bei wechselnder Temperatur (durchschnittlich von 16°C bis 22°C). Die Ergebnisse der zehnmonatigen Versuchsreihe waren folgend : das Korn mit etwa 12,0 p. 100 Feuchtigkeit verlor seine Keimfähigkeit nicht. Beim Korn mit etwa 13,0 p. 100 verminderte sich die Keimfähigkeit um ca 10,0 p. 100, und beim Korn mit ca 14,0 p. 100 Feuchtigkeit erfolgte eine beträchtliche Degradierung der Keimfähigkeit.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Biasutti Oven E., 1956. The storage of seeds for maintenance of viability. *Commonwealth Bur. Pasteures Field Crops.* Bull. n° 43, 81 p.

I. S. T. A., 1966. Règles internationales sur les essais de semences. *Proc. Int. Seed Tes. Ass.*, **31**, 351-519.

Koopman M. J. F., 1965. La conservation et le conditionnement des semences. *Zaadbelangen*, Exportnummer, 401-403.

Kreyger J., 1963. General considerations concerning the storage of seeds. *Proc. Int. Seed Test. Ass.*, **28**, 827-836.

Litynski M., Chudoba Z., 1964. Obserwacje nad dlugowiecznoscia 30 gatunkow roslin uprawnych. *H. R. A. I. N.*, **8**, 361-370.

Sijbring P. H., 1963. Results of some storage experiments under controlled conditions agricultural seeds. *Proc. Int. Seed Test. Ass.*, **28**, 845-851.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (3), 389-399.

ÉTUDE DE LA QUALITÉ MICROBIOLOGIQUE DES MAÏS-GRAINS DESTINÉS A L'ALIMENTATION ANIMALE

R. GOUSSE et A. WEIL

Union des Coopératives agricoles d'Alimentation du Bétail
02400 Château-Thierry (France)

RÉSUMÉ

Présentation sous forme d'histogrammes des fréquences et niveaux de contamination bactériologiques et mycologiques de maïs-grain tout-venant. L'échantillonnage porte sur 288 prélèvements des campagnes 1970-71 et 1971-72, en provenance de l'ensemble du territoire français. Les critères étudiés sont les suivants : Flore totale aérobie-mésophile, coliformes, *Escherichia coli*, *Clostridium* sulfito-réducteurs thermorésistants, moisissures totales, *Aspergillus* sp., *Aspergillus* groupe *glaucus*, *Penicillium* sp., Mucorales, moisissures totales. L'exploitation a porté également sur *Aspergillus flavus* du fait de son aptitude potentielle à la production d'aflatoxines, et sur *Aspergillus candidus* généralement considéré comme représentant typique des « advanced decay fungi ». Des regroupements ont été effectués pour apprécier comparativement les contaminations par les mycoflores de conservation et du champ. Les distributions relatives aux taux d'humidité sont données à titre indicatif. Des normes possibles sont proposées à partir de l'exploitation des courbes de fréquences cumulées. Certaines contaminations mycologiques sont discutées en fonction de données écologiques.

I. — INTRODUCTION

L'analyse microbiologique est pratiquée sur maïs-grains en vue de détecter des lots trop contaminés pour l'alimentation de certaines espèces animales. Les résultats ne peuvent actuellement s'interpréter faute de normes suffisamment éprouvées.

De nombreuses conditions physico-chimiques et biologiques (Pelhate, 1968 *a* ; christensen et Kaufmann, 1969 ; Multon, Poisson et Guilbot, 1969) sont déterminantes pour la stabilité des grains stockés. L'étude de l'évolution de la microflore du maïs en conditions contrôlées (Qasem et Christensen, 1958 ; Lagrandeur et Poisson, 1968 ; Cahagnier, 1971) peut être appliquée à la prévision d'une conservation. On peut difficilement en extrapoler les caractéristiques microbiolo-

giques moyennes des maïs stockés dans les conditions de la pratique courante.

Pour juger les résultats analytiques obtenus sur un échantillon donné, il conviendrait de pouvoir les mettre en relation avec les fréquences correspondantes obtenues par sondage sur un grand nombre de lots représentatifs de l'ensemble des maïs grains stockés.

De telles études ont été menées en République fédérale allemande pour le blé et le seigle (SPICHER, 1962). Après exploitation de 678 analyses d'aliments composés pour le bétail, un classement en 4 catégories a été proposé (LAFOND-GRELLETY, 1972).

Pour ce qui concerne les maïs, une étude a été effectuée dans l'Indiana entre 1964 et 1968 sur 116 échantillons provenant de « stocks commerciaux ». Elle donne les fréquences de contamination des grains par *Penicillium* (MISVILEC et TUITE, 1970). Au Guatemala, les pourcentages d'infection par moisissures ont été relevés sur 56 échantillons stockés (MARTINEZ *et al.*, 1970).

Des données éparses concernant les numérations microbiologiques sur farines de maïs ont fait l'objet d'une revue (HESSELTINE et GRAVES, 1966).

Les fréquences des taux de contamination par les espèces du genre *Aspergillus* ont été relevées sur 120 échantillons (LAFONT et LAFONT, 1969).

Notre laboratoire a analysé, d'octobre 1969 à novembre 1972, 288 échantillons de maïs-grains stockés. Ceux-ci provenaient de toutes les régions de France. Nous nous proposons ici de présenter une exploitation de ces résultats en vue de faciliter l'interprétation des analyses individuelles.

II. — MATÉRIEL ET MÉTHODES

Les échantillons d'au moins 150 g sont homogénéisés, puis on prélève 10 g qu'on disperse à l'Ultra-Turrax TP 18/2 pendant 45 secondes dans 90 ml de diluant (eau physiologique peptonée à 1 p. 1 000). Les techniques utilisées pour les différentes catégories de micro-organismes sont consignées dans le tableau 1.

Les moisissures sont identifiées (ZYCHA, 1935 ; BARNETT, 1955 ; GILMAN, 1959 ; RAPPER et FENNEL, 1965 ; PELHATE, 1968 *b* ; RAPPER, THOM et FENNEL, 1968). Les groupements étudiés sont figurés dans le tableau 2.

La flore champêtre est constituée essentiellement par *Fusarium* sp., *Cladosporium* sp., *Alternaria* sp., *Helminthosporium* sp., et *Cephalosporium* sp. ; *Aspergillus candidus* est pris comme témoin d'altération prononcée du substrat généralement considéré comme représentant typique des « advanced decay fungi » *Aspergillus flavus* est retenu du fait de son aptitude potentielle à produire des aflatoxines.

On regroupe les résultats analytiques en classes dont les intervalles croissent de façon logarithmique. Les bornes sont données dans le tableau 3. Le choix d'intervalles de classes avec des bornes croissant de façon logarithmique traduit mieux l'allure exponentielle du développement microbiologique. D'autre part, ce type de représentation permet plus facilement des comparaisons entre produits présentant des plages différentes de contaminations.

La borne supérieure de classe n a pour valeur $= 5 \cdot 10^n$.

On calcule les fréquences relatives et relatives cumulées, en arrondissant à l'unité la plus proche. On trace des histogrammes où figurent comparativement plusieurs paramètres.

TABLEAU I

Techniques pour la numération des bactéries et des moisissures

Micro-organismes numérés	Milieux et conditions d'incubation	Limites de détection (Nb/g)	Références
Germes aérobies mésophiles	Gélose numération (30°C-72 h)	300	Buttiaux, 1969
Coliformes	Bouillon lactosé à la bile et au vert-brillant (30°C-48 h)	10	
Escherichia coli	Test de Mac-Kenzie (44 ± 0°1C-24 h)	10	
Clostridium sulfito-réducteurs	Thermorésistance = 10 mn à 80°C. Milieu viande-foie à 2 p. 1 000 de glucose, 0.1 p.100 de sulfite de sodium et 0,05 p. 100 d'alun de fer (30°C-4 jours)	1	Beerens, Castel et Leclerc, 1961
Moisissures non osmophiles	Malt à 2 p. 100, gélosé à 1,5 p. 100 (22°C-6 jours)	50	Moreau, Moreau et Pelhate, 1964
Moisissures osmophiles	Malt à 2 p. 100 avec 5 p. 100 de saccharose et 7 p. 100 de chlorure de sodium (22°C-6 jours)	50	

TABLEAU 2

Représentation figurée des différents groupes de moisissures étudiées

<table>
<tr><td colspan="4">Moisissures totales</td></tr>
<tr><td>Aspergillus sp.
Asp. gr. glaucus
Asp. flavus
Asp. candidus</td><td>Penicillium sp.</td><td>Mucorales</td><td>Moisissures diverses</td></tr>
<tr><td colspan="3">Flore de conservation</td><td>Flore champêtre</td></tr>
</table>

TABLEAU 3

Définition des classes pour l'exploitation des résultats analytiques

Classes (n)	Intervalles de classes (Borne supérieure incluse)
0 [1]	$\leqslant 5 \cdot 10^0$
1 [1]	$5 \cdot 10^0 — 5 \cdot 10^1$
2	$5 \cdot 10^1 — 5 \cdot 10^2$
3	$5 \cdot 10^2 — 5 \cdot 10^3$
4	$5 \cdot 10^3 — 5 \cdot 10^4$
5	$5 \cdot 10^4 — 5 \cdot 10^5$
6	$5 \cdot 10^5 — 5 \cdot 10^6$
7	$5 \cdot 10^6 — 5 \cdot 10^7$
8	$5 \cdot 10^7 — 5 \cdot 10^8$

[1] La définition de la classe limite inférieure est fonction de la limite de détection pour la détermination considérée.

III. — RÉSULTATS

Les distributions des caractères bactériologiques et mycologiques sont présentées respectivement dans les tableaux 4 et 5.

A titre indicatif, l'exploitation de 207 échantillons quant à leur humidité est donnée dans le tableau 6.

Toutes les distributions étudiées sont représentées graphiquement. La proportion des échantillons présentant entre 5 000 et 50 000 moisissures totales par gramme est de 47 p. 100. La figure 1 souligne les similitudes entre les fréquences relatives des *Penicillium* et des moisissures totales. Il en est de même pour les *Aspergillus* sp. et les *Aspergillus* du groupe *glaucus* (fig. 4), les mucorales et les moisissures diverses

TABLEAU 4

Fréquences relatives (en p. 100) *des contaminations bactériologiques*

Critères bactériologiques		Classes									Nombre de détermin.
		0	1	2	3	4	5	6	7	8	
Fréquences relatives p. 100	Aérobies mésophiles .			2	7	14	25	36	13	3	277
	Coliformes	21	9	13	20	14	15	7	1		272
	Escherichia coli	91	4	3	2						270
	Clostridium sulfito-réducteurs	83	12	4	1						260

TABLEAU 5

Fréquences relatives (en p. 100) *des contaminations mycologiques*
(nombre de déterminations = 288)

Critères mycologiques		Classes					
		1	2	3	4	5	6
Fréquences relatives p. 100	Moisissures totales ...	2	6	17	47	26	2
	Penicillium	14	16	25	28	16	1
	Mucorales	45	18	23	11	3	
	Moisissures diverses ..	48	16	14	17	4	1
	Aspergillus sp.....	43	12	19	20	6	
	Aspergillus gr. *glaucus*	55	9	15	18	3	
	Aspergillus flavus ...	86	5	6	3		
	Aspergillus candidus .	84	5	5	5	1	
	Flore champêtre	62	12	10	12	4	
	Flore de conservation	2	7	21	44	24	2

TABLEAU 6

Fréquences relatives des humidités de 207 échantillons de maïs

Classes (Borne supérieure incluse)	7-8 p. 100	8-9 p. 100	9-10 p. 100	10-11 p. 100	11-12 p. 100	12-13 p. 100	13-14 p. 100	14-15 p. 100	15-16 p. 100	16-17 p. 100	17-18 p. 100
Fréquences relatives (p. 100)	2	3	5	7	10	20	30	17	4	1	1

TABLEAU 7

Normes de contaminations qui conduisent à juger défavorablement 1 échantillon sur 5

		Nombre germes/g
Critères bactériologiques	Aérobies mésophiles	⩽ 5 000 000
	Coliformes	⩽ 10 000*
	Escherichia coli	⩽ 1*
	Clostridium sulfito-réducteurs ...	⩽ 5
Critères mycologiques	Moisissures totales	⩽ 50 000
	Penicillium sp.	⩽ 50 000
	Mucorales	⩽ 5 000
	Moisissures diverses	⩽ 5 000
	Aspergillus sp.....	⩽ 5 000
	Aspergillus gr. *glaucus*	⩽ 5 000
	Aspergillus flavus	⩽ 50
	Aspergillus candidus.....	⩽ 500
	Flore de conservation	⩽ 50 000
	Flore champêtre	⩽ 5 000

* Résultats sur milieux liquides.

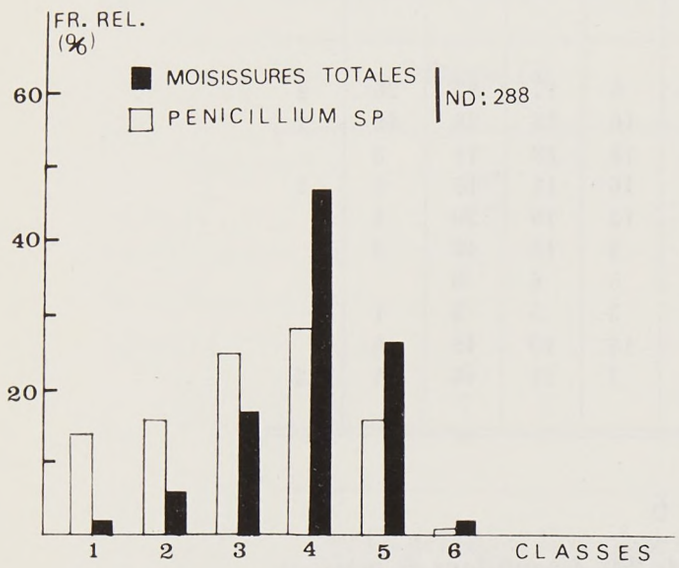


FIG. 1. — *Fréquences relatives comparées entre moisissures totales et* Penicillium *sp.*

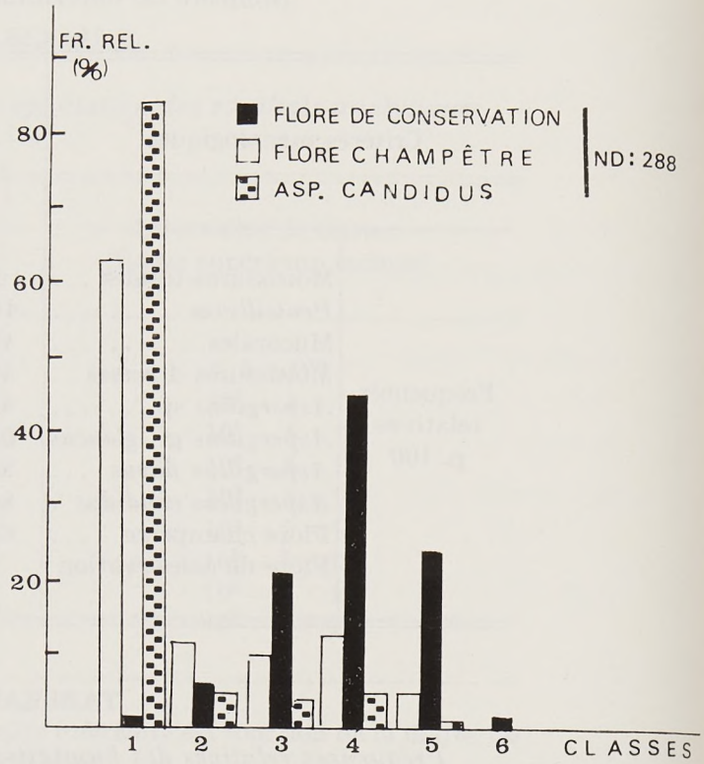


FIG. 2. — *Fréquences relatives comparées entre flore de conservation, flore champêtre et* Aspergillus candidus

* VALEUR DE LA BORNE SUPERIEURE DE CLASSE $N = 5.\ 10^N$

* ABREVIATIONS
FR. = FREQUENCE
REL. = RELATIVE
CUM. = CUMULEE
ND = NOMBRE DE DETERMINATIONS

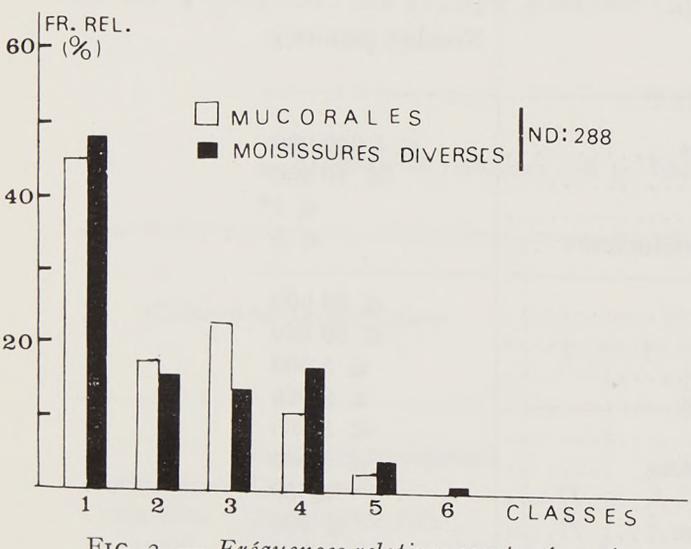


FIG. 3. — *Fréquences relatives comparées entre mucorales et moisissures diverses*

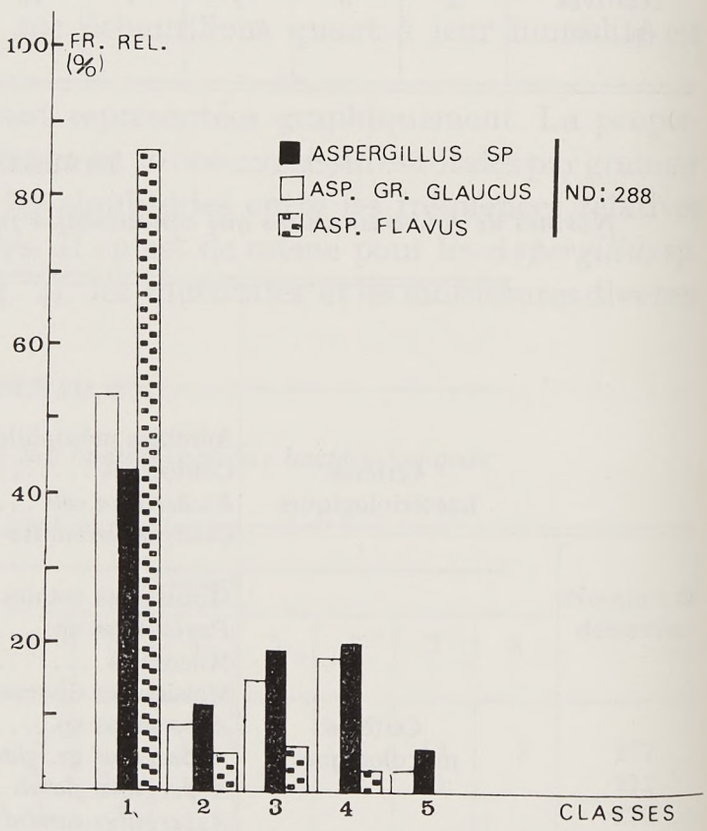


FIG. 4. — *Fréquences relatives comparées entre* Aspergillus *sp.* Aspergillus *gr.* glaucus *et* Aspergillus flavus

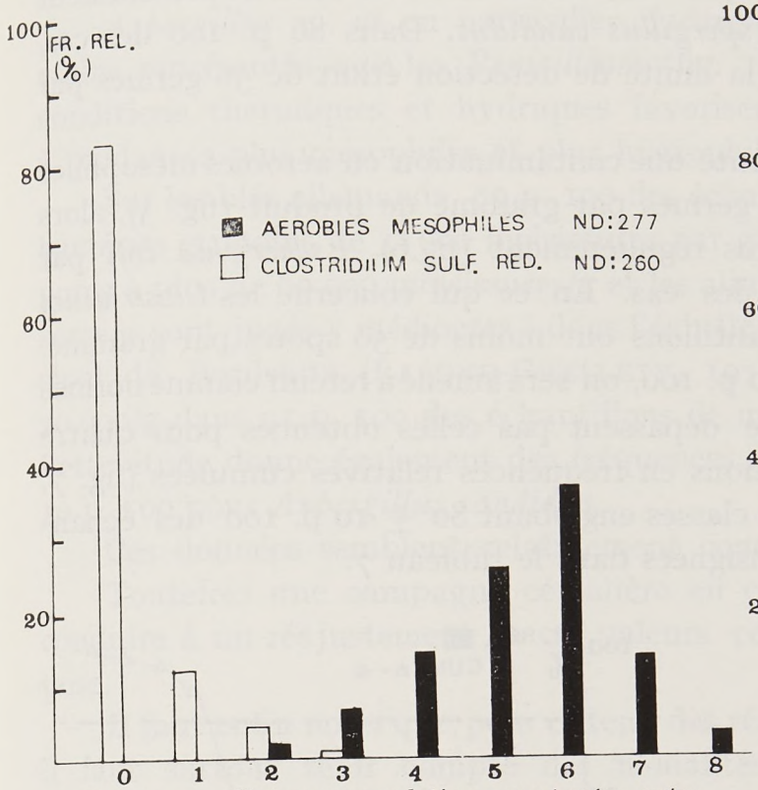


FIG. 5. — *Fréquences relatives comparées entre aérobies mésophiles et* Clostridium *sulfito-réducteurs*

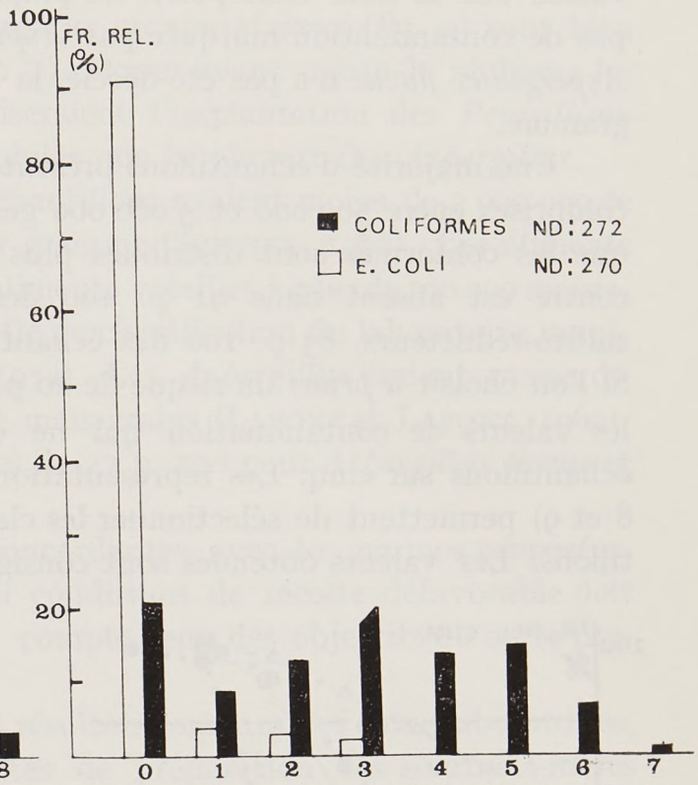


FIG. 6. — *Fréquences relatives comparées entre coliformes et* Escherichia coli

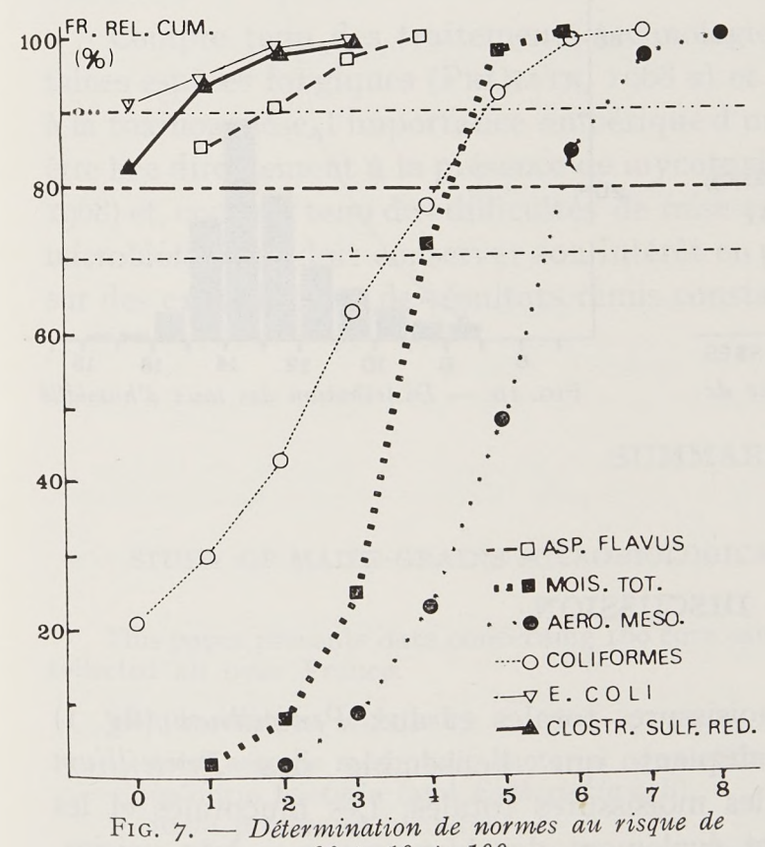


FIG. 7. — *Détermination de normes au risque de 20 ± 10 p. 100*

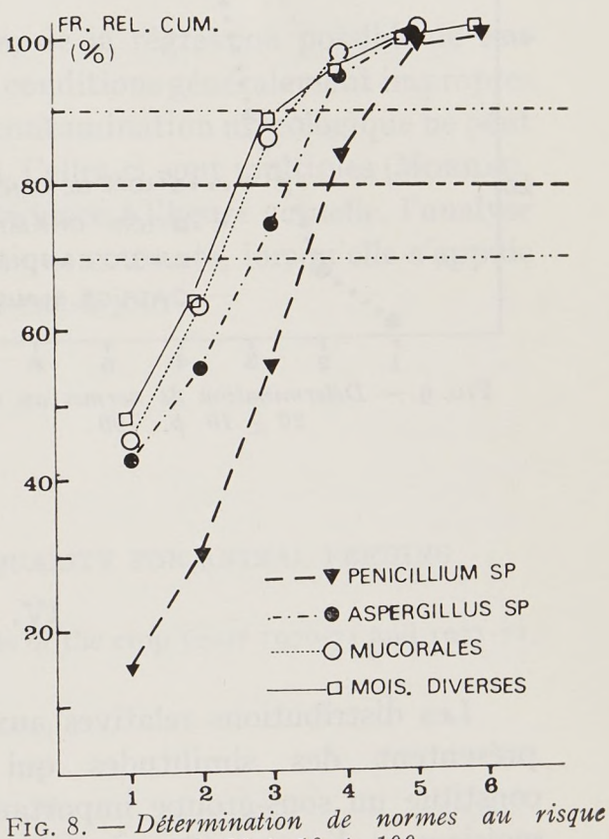


FIG. 8. — *Détermination de normes au risque de 20 ± 10 p. 100*

(fig. 3). La figure 2 par contre souligne la prépondérance de la flore de conservation sur la flore champêtre. La plupart des échantillons de maïs ne présentaient pas de contamination marquée par *Aspergillus candidus*. Dans 86 p. 100 des cas, *Aspergillus flavus* n'a pas été décelé, la limite de détection étant de 50 germes par gramme.

Une majorité d'échantillons présente une contamination en aérobies mésophiles comprises entre 500 000 et 5 000 000 germes par gramme de produit (fig. 5), alors que les coliformes sont distribués plus régulièrement (fig.6). *Escherichia coli* par contre est absent dans 91 p. 100 des cas. En ce qui concerne les *Clostridium* sulfito-réducteurs, 83 p. 100 des échantillons ont moins de 50 spores par gramme. Si l'on choisit *a priori* un risque de 20 p. 100, on sera amené à retenir comme normes les valeurs de contamination qui ne dépassent pas celles obtenues pour quatre échantillons sur cinq. Les représentations en fréquences relatives cumulées (fig. 7, 8 et 9) permettent de sélectionner les classes englobant 80 ± 10 p. 100 des échantillons. Les valeurs obtenues sont consignées dans le tableau 7.

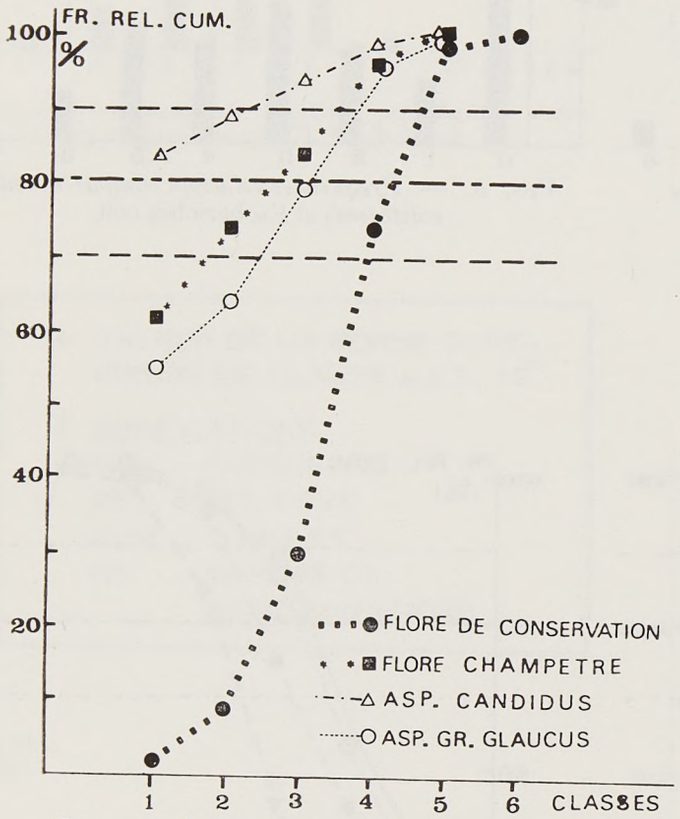


FIG. 9. — *Détermination de normes au risque de 20 ± 10 p. 100*

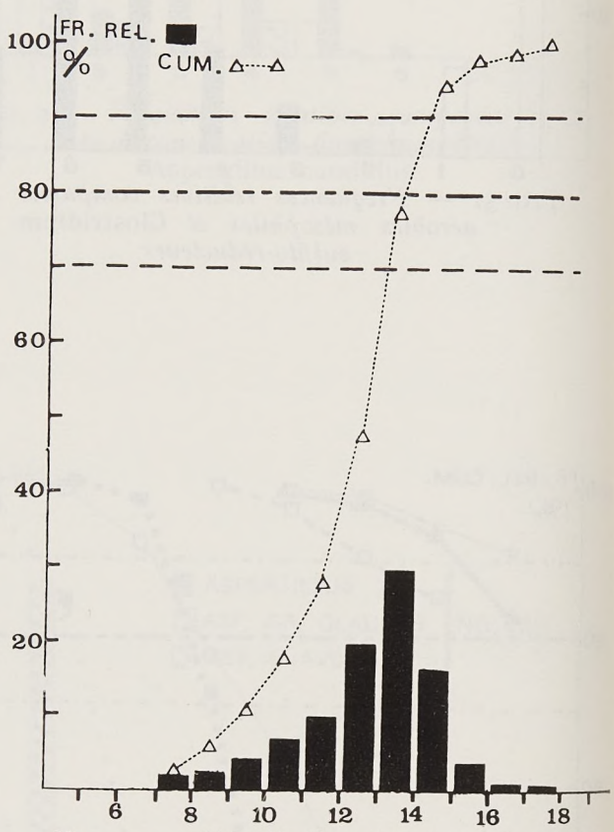


FIG. 10. — *Distribution des taux d'humidité*

IV. — DISCUSSION

Les distributions relatives aux moisissures totales et aux *Penicillium* (fig. 1) présentent des similitudes qui indiquent que l'ensemble des *Penicillium* constitue un sous-groupe important des moisissures totales. Les mucorales et les moisissures diverses (fig. 3) présentent également des histogrammes très voisins, du fait vraisemblablement des exigences en eau très voisines, pour les moisissure

de ces deux groupes. L'ensemble des moisissures diverses comprend essentiellement les espèces champêtres.

Aspergillus sp. et en particulier *Aspergillus* groupe *glaucus* (fig. 4) sont bien moins représentés que les *Penicillium* (fig. 1). Donc, avant même le séchage, les conditions thermiques et hydriques favoriseraient l'implantation des *Penicillium* à tendances plus mésophiles et plus hygrophiles que la plupart des *Aspergillus*.

Sur les blés allemands, 70 p. 100 des échantillons avaient moins de 2 000 000 de bactéries et moins de 32 000 moisissures par gramme (SPICHER, 1962). Les aliments porcs à plus de 60 000 moisissures/g et les aliments volailles à plus de 100 000 moisissures/g sont jugés « médiocres » dans l'échelle de classification du laboratoire municipal de Bordeaux (LAFOND-GRELLETY, 1972). Les *Aspergillus* étaient moins de 20 000/g dans 91 p. 100 des échantillons de maïs-grains (LAFONT et LAFONT, 1969). Cette étude donne également des fréquences de 27 p. 100 pour *Aspergillus flavus* et 10 p. 100 pour *Aspergillus candidus*.

Ces données semblent relativement concordantes avec les normes proposées.

Toutefois une campagne céréalière en conditions de récolte défavorable doit conduire à un réajustement de ces valeurs compte tenu des objectifs qu'on se propose.

Il faut enfin noter que, pour obtenir des résultats comparables entre laboratoires, il faut surtout tenir compte des modalités de préparation des solutions-mères spécifiques au maïs-grains (CAHAGNIER, 1971).

V. — CONCLUSIONS

Compte tenu des traitements technologiques, de la régression possible de certaines espèces fongiques (PELHATE, 1968 *a*) et de conditions généralement impropres à la toxinogenèse, l'importance numérique d'une contamination mycologique ne peut être liée directement à la présence de mycotoxines. Celles-ci sont multiples (MOREAU, 1968) et, compte tenu des difficultés de mise en évidence à l'heure actuelle, l'analyse microbiologique doit conserver son intérêt en pratique courante, lorsqu'elle s'appuie sur des exploitations de résultats remis constamment à jour.

SUMMARY

STUDY OF MAIZE-GRAINS MICROBIOLOGICAL QUALITY FOR ANIMAL FEEDING

This paper presents data concerning 160 corn samples of the crop years 1970-71 and 1971-72, collected all over France.

Sample analysis included :

— total aerobic mesophilic bacterial population ;
— coliform bacteria (and *Escherichia coli*) ;
— indol producing bacteria ;
— sulphite reducing *Clostridium* (particularly *C. perfringens*) ;
— total fungal population ;

— *Aspergillus* ;
— *Penicillium* ;
— mucorales ;
— fungi under suspicion of being pathogen or toxin-producing : *Aspergillus flavus, Aspergillus ochraceus, Aspergillus fumigatus, Absidia lichtemii, Penicillium purpurogenum, Fusarium* sp.

A statistical analysis of the data is given. Founding on the whole of those data, a method of appreciation is suggested.

ZUSAMMENFASSUNG

UNTERSUCHUNG DER MIKROBIOLOGISCHEN QUALITÄT VON KÖRNERMAIS FÜR DIE TIERFÜTTERUNG

Es werden die Ergebnisse über 160 Proben von Körnermais dargestellt, die in Frankreich in den Jahren 1970-71 und 1971-72 geerntet wurden.

Folgende Merkmale wurden untersucht :

— die gesamte Aerobien-Mesophile-Flora ;
— Coligestalten (und *Escherichia Coli*) ;
— Geruchkeime (Indologenkeime) ;
— sulfit-Reduzierer des *Clostridium* (hauptsächlich *Clostridium perfringens*) ;
— alle Schimmelpilze ;
— *Aspergillus* ;
— *Penicillium* ;
— Mukoralen ;
— verdächtige krankheitserregende und giftige Schimmelpilze (*Aspergillus flavus, Aspergillus ochraceus, Aspergillus fumigatus, Absidia lichtemii, Penicillium pururogenum* und *Fusarium*).

Eine statistische Auswertung der Ergebnisse wird dargestellt (Histogramme der Häufigkeit und Korrelationsforschung).

Über die gesamten Ergebnisse wird eine Beurteilungsübersicht aufgestellt.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Barnett H. L., 1955. *Illustrated genera of imperfect fungi.* Burgess Publishing Co.

Beerens H., Castel M. M., Leclerc H., 1961. Contribution à l'étude des milieux au sulfite de sodium pour l'isolement des *Clostridium*. *Ann. Inst. Pasteur Lille*, **12**, 183.

Buttiaux R., 1969. *Cours de microbiologie alimentaire du C. E. R. B. A.* Institut Pasteur de Lille. (Non publié).

Cahagnier B., 1971. *La microflore du maïs-grain humide. Composition et évolution en fonction de différents modes de stockage. Action de traitements stabilisants.* Mémoire présenté au Conservatoire national des Arts et Métiers, Paris.

Christensen C. M., Kaufmann H. H., 1969. *Grain storage. The role of fungi in quality loss.* University of Minnesota Press, Minneapolis, U. S. A.

Gilman J. C., 1959. *A manual of soil fungi.* The Iowa State University Press, Iowa, U. S. A.

Hesseltine C. W., Graves R. R., 1966. Microbiology of flours. *Econ. Bot.*, **20** (2), 156-168.

Lafond-Grellety J., 1972. L'analyse mycologique des aliments du bétail. *Ind. aliment. agric.*, **1**, 9-22.

Lafont P., Lafont J., 1969. Pollution par des *Aspergillus* de produits végétaux. *Ann. Inst. Pasteur*, **116** (2), 237-245.

Lagrandeur G., Poisson J., 1968. La microflore du maïs, son évolution en fonction des conditions hydriques et thermiques de stockage en atmosphère renouvelée. *Ind. aliment. agric.*, **85** (6-7), 775-788.

Martinez M. L., Schieber E., Brenez R. G., Bressani R., 1970. Prevalencia de hongos en granos de maíz (*Zea mays*, L.). *Turrialba Costa Rica*, **20** (3), 311-319.

Misvilec P. B., Tuite J., 1970. Species of *Penicillium* occuring in freshly-harvested and in stored dent corn kernels. *Mycologia*, **62**, (1), 67-74.

Moreau C., 1968. *Moisissures toxiques dans l'alimentation.* Paul Lechevalier, Paris.

Moreau C., Moreau M., Pelhate J., 1964. Choix de milieux sélectifs pour l'analyse des mycoflores osmophiles. *Bull. Soc. Mycol. fr.*, **80**, (2), 234-246.

Multon J.-L., Poisson J., Guilbot A., 1969. Les altérations du grain de blé après la récolte. *Bull. techn. Inform.*, (224), 1-18.

Pelhate J., 1968 *a*. Évolution de la mycoflore des blés en cours de conservation. *Ind. aliment. agric.*, **85** (6-7), 769-773.

Pelhate J., 1968 *b*. *Contribution à l'étude écologique des moisissures des blés de conservation.* Thèse de doctorat d'État ès Sciences naturelles, Fac. Sciences, Brest.

Qasem S. A., Christensen C. M., 1958. Influence of moisture content, temperature and time on the deterioration of stored corn by fungi. *Phytopathology*, **48** (10), 544-549.

Raper K. B., Fennel D. I., 1965. *The genus* Aspergillus. The William and Wilkins Company, Baltimore.

Raper K. B., Thom C., Fennel D. I., 1968. *A manual of the* Penicillia. Hafner Publishing Company, Baltimore.

Spicher G., 1962. Die Ermittlung des Keimgehaltes von Getreide-und Getreideprodukten und ihre Problematik. *Brot u. Gebäck*, **16**, (7), 124-134.

Zycha H., 1935. *Kryptogamenflora der Mark Brandenburg. Pilze II, Mucorinae.* Verlag von Gebrüder Borntraeger, Leipzig.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (3), 401-407.

DETECTION OF DETERIORATION OF GRAIN BY GAS CHROMATOGRAPHY

E. KAMIŃSKI, S. STAWICKI, E. WASOWICZ et R. PRZYBYLSKI

Academy of Agriculture,
Institute of Food Technology of Plant Origin,
Poznań (Poland)

SUMMARY

One of the symptoms of changes occurring in grain stored under conditions promoting the growth of microflora is the appearance of off-flavor.

As a rule, the appearance of off-flavor is caused by the production of certain volatile metabolites by molds.

The authors propose the application of gas chromatography by head space technique for the detection purposes of these metabolites. The method is based on the detection of such metabolites as 3-methylbutanol, 3-octanone, 3-octanol and 1-octen-3-ol. Identification of these components can be effected by the retention methods and chemical modification of the sample.

Directly after harvest, the counts of molds occurring on cereal grain may be as high as about 500 000 per gram (Triswiatskii, 1951 ; Podjapolskaja and Miszojewa, 1955 ; Spicher, 1956).

With the time of storage of moist grain, the counts of molds increase very rapidly, this resulting in the appearance of a foreign moldy odor (Janicki *et al.*, 1967). The metabolites of the molds developing on grain have been extensively studied in this laboratory (Kaminski *et al.*, 1972 *a* et *b*). Some of them have been found highly volatile and can readily be detected by gas chromatography in head space samples.

When the degree of contamination is not high, the amount of mold metabolites may be too low for gas chromatographic analysis, so concentration step is required of the head space samples.

In the study reported, the concentration step was effected by freezing out of the head space samples.

MATERIALS AND METHODS

The micro-organisms to be studied were grown on wheat coarse meal sterilised at 1 atm. during 45 minutes. The molds were incubated at 28-30°C and 92 to 96 p. 100 relative humidities. After 3 to 4 days, the conidia covered the whole area with mycelium.

The concentration procedure of the head space samples

The concentration procedure of the head space sample from the grain invaded by molds is presented in figure 1.

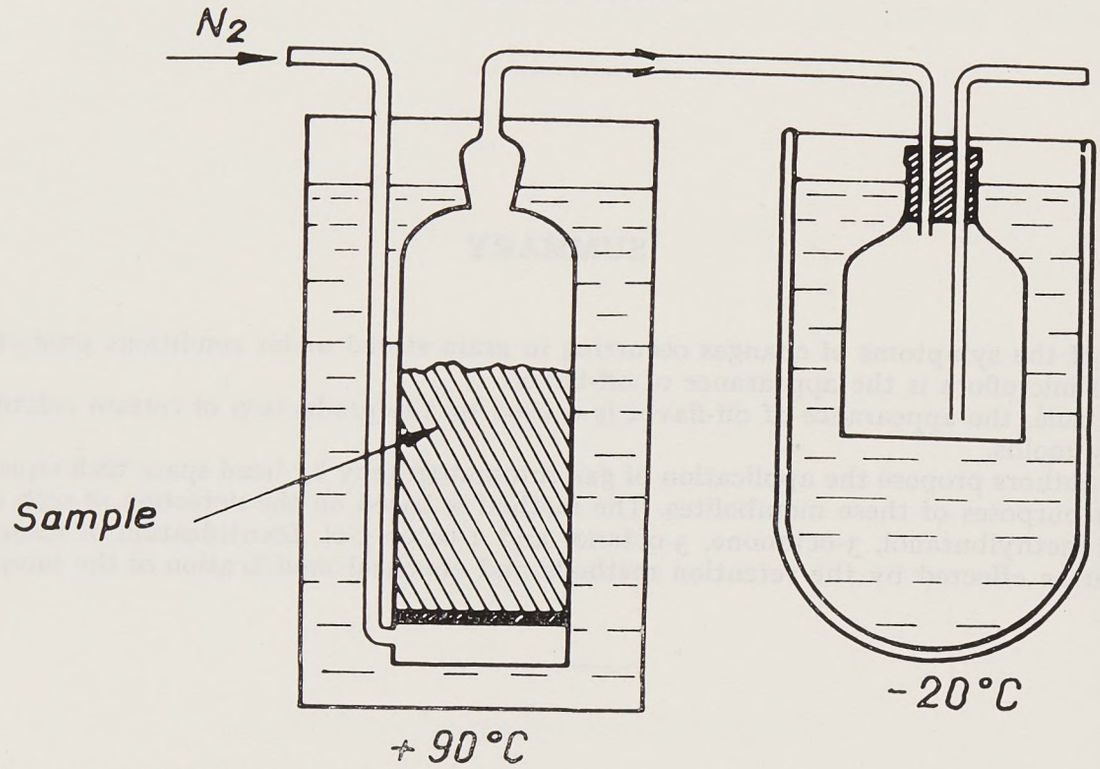


FIG. 1. — *Apparatus for concentrating flavour components by the « head space » method*

The weight of the sample taken for concentration amounted to 100 g, time of concentration 2 hours. After concentration the bottle was closed with a silicone membrane, transferred to the water bath at 90 °C and kept there for 30 minutes. Then a 5 ml sample was taken with a gas tight syringe and transferred to the chromatographic column.

The chromatographic separation

The chromatographic separation of the volatile compounds was effected with a GCHF 18.3 gas chromatograph equipped with a flame ionization detector. The column was stainless steel (2 m long, outer diameter 4 mm) packed with 3 per cent FFAP on 100/120 mesh Gas Chrom Q. Nitrogen was used as the carrier gas at a flow rate of 30 ml/min. The column was operated isothermally at 90°C.

The identification of functional groups by chemical modification of the sample

The identification of functional groups in the head space samples was effected according to the method of Hoff and Feit (1964) modified in this laboratory (Kaminski, Wasowicz and Przybylski, 1972).

THE INTERPRETATION OF RESULTS

The method of concentration applied in the study reported secures 5 to 8-fold increase of the volatiles as compared with their contents over the sample.

The separation of the volatile compounds occurring in the vapours above the mycelia of the molds grown on wheat coarse meal is presented in figures 2, 3 and 4.

In contradiction to the autoclaved wheat alone, over nearly all the molds tried the following compounds were detected : 3-methylbutanol, 3-octanone and 1-octen-3-ol. With such strains as *Asp. ochraceus, Asp. oryzae, Pen. citrinum* and *Cephalosporium,* the peak corresponding to 1-octen-3-ol was the biggest. This compound could not be detected in vapours above *Syncephalastrum nigricans,* it was found in the concentrated distillates from this mold, its contents being low though. 1-octen-3-ol was identified by comparing its retention time with that of the standard. The occurrence of 1-octen-3-ol in the head space was additionally evidenced by the reaction with bromine water ; the action of the latter compound caused an entire disappearance of the peak corresponding to 1-octen-3-ol. The reaction with nitric acid caused a decrease of the peak of 1-octen-3-ol and formation of a new peak of shorter retention time.

The presence of 3-methylbutanol and 3-octanone was stated in the vapors above the molds by chemical modification of samples and by comparison of their retention time with that of standards.

On addition of the mixture acetic anhydride-sulfuric acid to the vapors, the peak corresponding to 3-methylbutanol disappeared, this being followed by the formation of a new peak corresponding to isoamyl acetate.

The reaction of the vapors examined with nitric acid results in the disappearance of the peak corresponding to 3-methylbutanol and formation of a new one corresponding to isoamyl nitrite of shorter retention time.

The action of hydroxylamine results in the disappearance of the peak corresponding to 3-octanone what accounts for the occurrence of carbonyl group. Unlike with aldehydes, this peak was unaffected by $KMnO_4$, it disappears when the vapors were treated with the mixture of sulfuric acid and water in the ratio 7/3.

The occurrence of all the three metabolites mentioned above in grain invaded by molds was stated in concentrated distillates from such grain by gas chromatography — mass spectrometry technique (Kaminski *et al.*, 1972 *a* et *b*).

The occurrence of these typical mold metabolites above cereal grain or its products can be used for evaluation of the development of molds on these products. The detection of these metabolites by the head space technique was found to be a simple and efficient way of evaluation of deterioration of grain caused by molds.

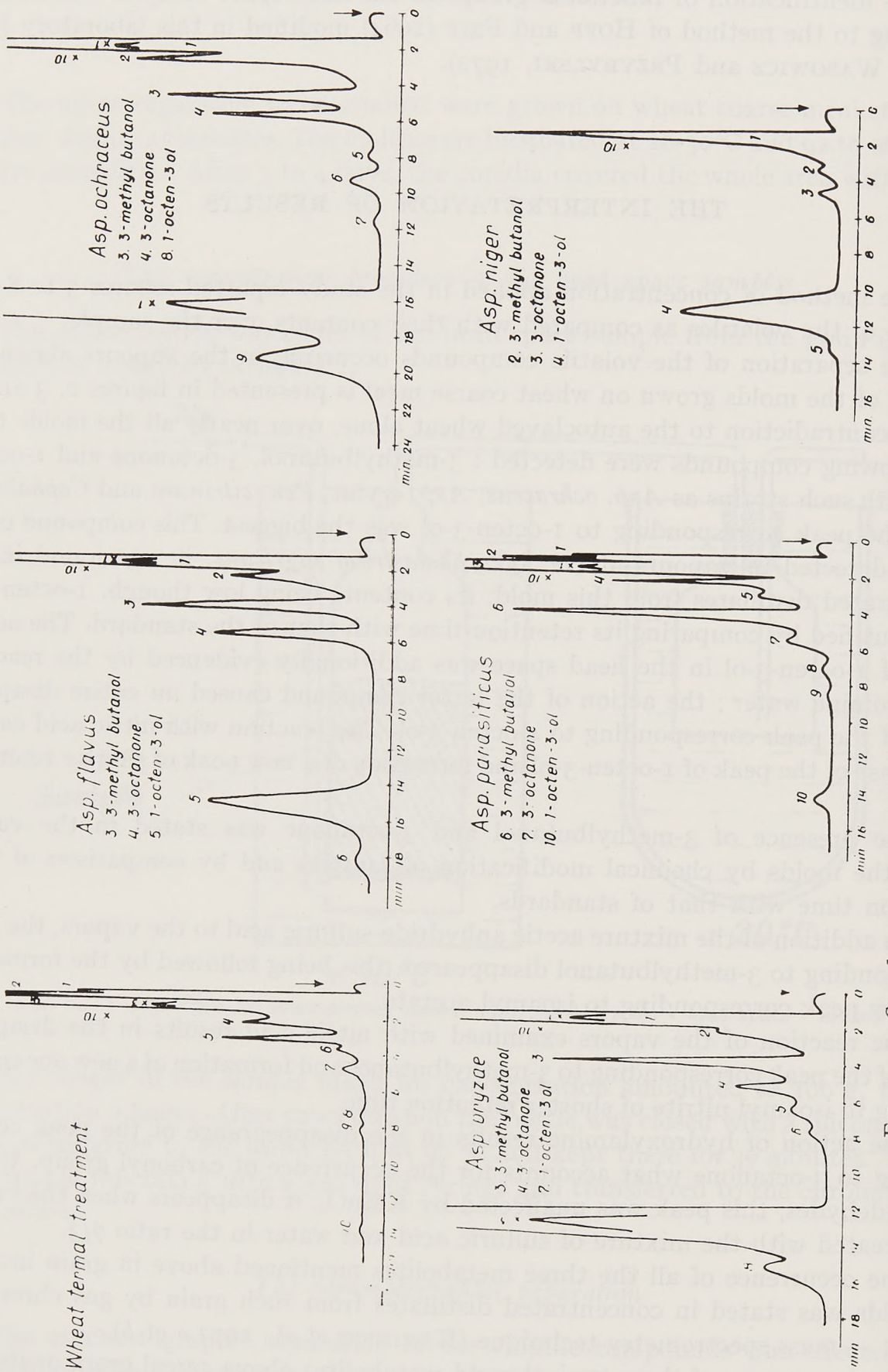


FIG. 2. — *Gas chromatograms of head space from wheat subjected to thermal treatment and from moulds of* Aspergillus genus

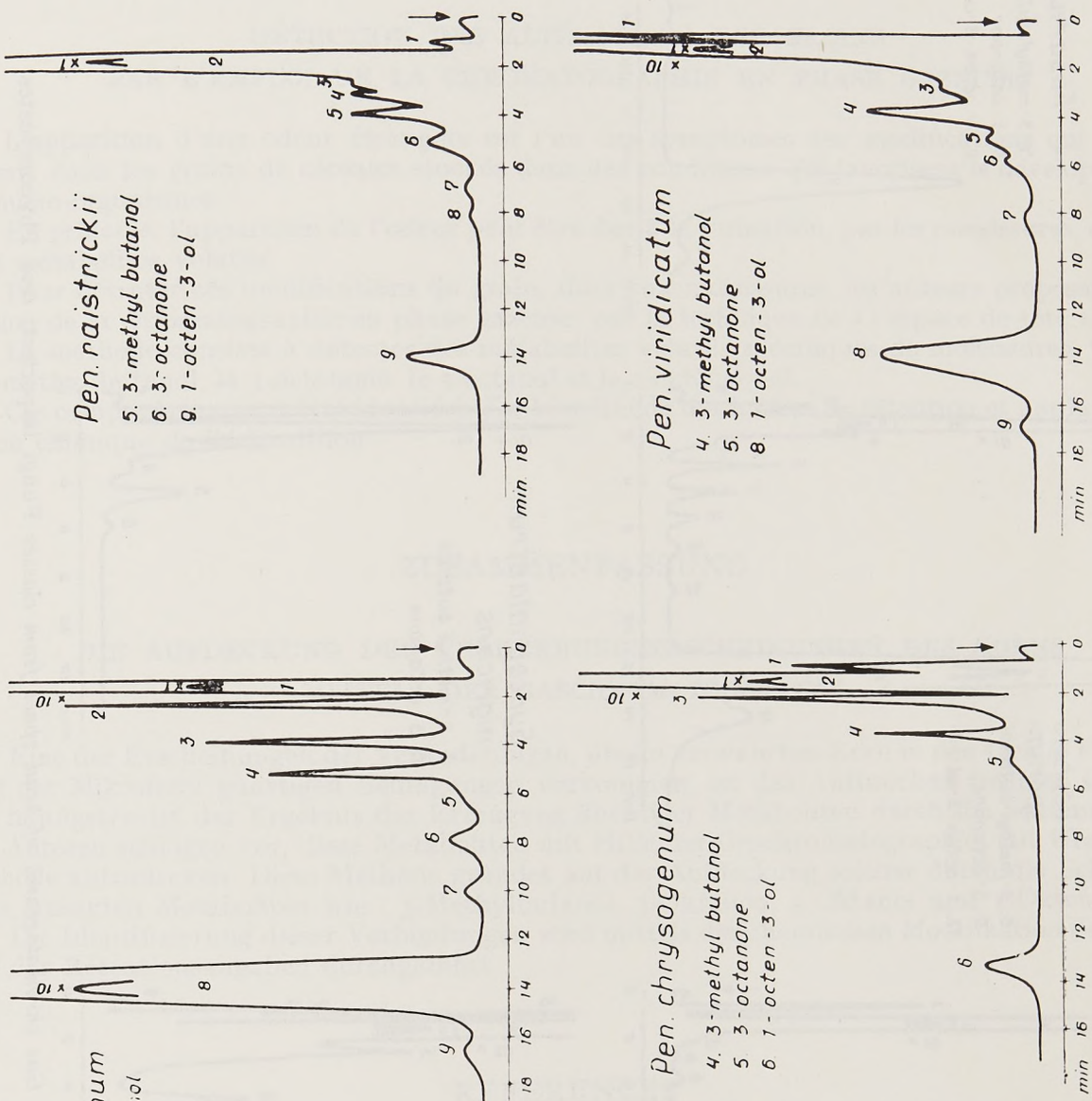


FIG. 3. — *Gas chromatograms of head space from molds of* Penicillium genus

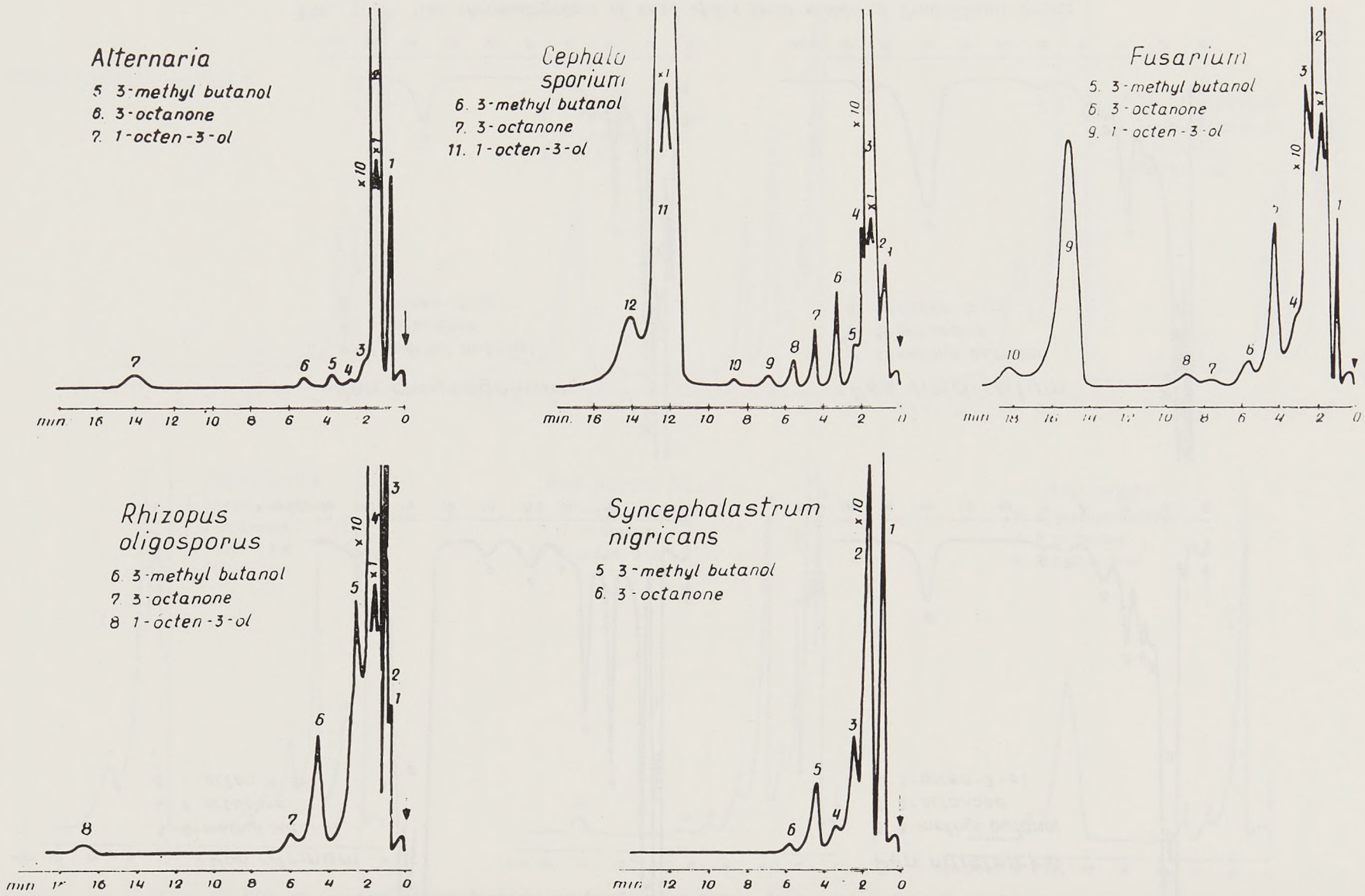


FIG. 4. — *Gas chromatograms of head space from classes* Fungi imperfecti *and* Phycomycetes

The method is simple, rapid and secures a good reproducibility of results.

The fact should be stressed that in sound grain none of these metabolites has been detected by the head space technique.

RÉSUMÉ

DÉTECTION DES ALTÉRATIONS DES GRAINS PAR L'EMPLOI DE LA CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE

L'apparition d'une odeur étrangère est l'un des symptômes des modifications qui se produisent dans les grains de céréales stockés dans des conditions qui favorisent le développement des micro-organismes.

En principe, l'apparition de l'odeur peut être due à la formation, par les moisissures, de quelques métabolites volatils.

Pour détecter ces modifications du grain, dues aux moisissures, les auteurs proposent l'utilisation de la chromatographie en phase gazeuse, par la technique de « l'espace de tête ».

La méthode consiste à détecter des métabolites volatils spécifiques de moisissures, tels que le 3-méthyl butanol, la 3-octanone, le 3-octanol et le 1-octène-3-ol.

Ces composés peuvent être identifiés par la méthode des indices de rétention et par la modification chimique de l'échantillon.

ZUSAMMENFASSUNG

DIE AUFDECKUNG DER VERDERBUNGSERSCHEINUNGEN DES KORNS MITTELS DER GASCHROMATOGRAPHIE

Eine der Erscheinungen der Veränderungen, die im verwahrten Korn in den für die Entwicklung der Mikroflora günstigen Bedingungen vorkommen, ist das Auftauchen fremden Geruchs. Am häufigsten ist der Ergebnis der Erzeugung flüchtiger Metaboliten durch die Schimmelpilze. Die Autoren schlagen vor, diese Metaboliten mit Hilfe der Gaschromatographie, mit Headspace-Methode aufzudecken. Diese Methode gründet auf der Aufdeckung solcher durch die Schimmelpilze erzeugten Metaboliten wie : 3-Methylbutanol, 3-Oktanon, 3-Oktanol und 1-Okten-3-Ol.

Die Identifizierung dieser Verbindungen wird mittels der chemischen Modifikation der Probe und der Retentionsangaben durchgeführt.

REFERENCES

Hoff J. E., Feit E. D., 1964. New technique for functional group analysis in gas chromatography. *Anal. Chem.*, **36**, 1002-1008.

Janicki J., Kaminski E., Stawicki S., Chrzanowska H., 1967. Changes in composition of microflora during grain storage and their effect on the technological property of grain. *Getreide u. Mehl*, **17**, Hefte 10, 11 u. 12.

Kamiński E., Libbey L. M., Stawicki S., Wasowicz E., 1972 *a*. Identification of the predominant volatile compounds produced by *Aspergillus flavus*. *Appl. Microbiol.*, **24**, 721-726.

Kamiński E., Stawicki S., Niewiarowicz A., Wasowicz E., Trojan H., 1972 *b*. The origin and characterization of mustiness in grain. *Final technical report, Project number E 23-MQ-2 FG-Po-213 Poznań.*

Kaminski E., Wasowicz E., Przybylski R., 1972 *c*. Detection of the functional groups of volatile organic compounds by gas chromatography. *Anal. Chem.*, **17**, 1307-1320 (in Polish).

Podjapolska O. P., Miszojewa W. A., 1955. Microflora of wheat grain and their changes during different storage conditions. *WNIIZ*, Moskwa, 30, 13-41 (in Russian).

Spicher G., 1956. Microbiological characteristic of german wheat grain harvested in 1956. *Getreide u. Mehl*, **6**, 53-58 (in German).

Triswiatskii L. A., 1951. Storage of grain. *Zagotizdat Moskwa* (in Russian).

C'est pourquoi, afin de pouvoir suivre et caractériser les phénomènes de dénaturation ou d'altération, nous avons choisi d'étudier les fluctuations d'activité d'une enzyme, la ribonucléase (RNA-ase) pour deux raisons : la RNA-ase est particulièrement sensible *in situ*, elle joue un rôle, encore mal connu d'ailleurs, dans les phénomènes de sénescence et de traumatisme des végétaux.

Il serait hors de propos de donner ici tout le détail des conditions expérimentales et des résultats obtenus, ceux-ci étant décrits par ailleurs (MULTON, 1969 *a* ; TRENTESAUX, 1972). Nous ne ferons qu'en donner un court résumé pour essayer de dégager l'intérêt de cette méthode.

II. — CONDITIONS EXPÉRIMENTALES

Le matériel expérimental utilisé pour cette étude consistait en plusieurs lots de blé *Cappelle*, conservés en sacs de jute, dans une chambre froide (+ 7°C), à une teneur en eau constante de 16 p. 100 SS (lots témoins).

Pour le dosage de l'activité RNA-asique, une méthode classique a été adaptée au cas des céréales (MULTON, 1969 *b* ; TRENTESAUX, 1972) ; elle consiste, après extraction de l'enzyme du blé, à effectuer une purification partielle par précipitation fractionnée au sulfate d'ammonium, puis à mesurer l'activité de l'extrait par dosage spectrophotométrique des oligonucléotides acido-solubles résultant de son action sur une solution d'ARN (acide ribonucléique de levure fourni par le laboratoire CHOAY-France).

Les protocoles expérimentaux mis en place sont les suivants. D'une part, pour l'étude de la dénaturation thermique, le travail a consisté à soumettre les grains de blé, entiers et vivants, à des chocs thermiques effectués à teneur en eau constante en ne faisant varier, dans chaque cas, qu'un seul des trois paramètres teneur en eau (entre 4,5 et 45 p. 100 SS), température (de deux à six températures différentes) durée du traitement thermique (six à dix durées, s'échelonnant entre deux et quatre-vingt-dix minutes) puis à mesurer l'activité RNA-asique résiduelle.

D'autre part, pour l'étude de la conservation, plusieurs stockages expérimentaux ont été réalisés dans des enceintes de stockage, construites au laboratoire (MULTON, GUILBOT, 1967) et comportant, pour une même température maintenue constante, cinq cellules indépendantes où l'humidité relative (HR) réglable entre 50 et 98 p. 100 est fixée pour toute la durée de l'expérience.

Trois stockages ont été réalisés avec du blé à 25°C et à 30°C à cinq HR différentes s'échelonnant entre 50 et 97 p. 100, pendant trois périodes d'une durée de 132, 216 et 342 jours.

III. — RÉSULTATS OBTENUS

1. — *Dans le cas des chocs thermiques*

En postulant que la réaction de dénaturation est monomoléculaire et suit une loi d'ordre I, on a exprimé la diminution relative d'activité RNA-asique selon l'équation générale $\log a/a_0 = kt$ (a, activité au temps t ; a_0, activité au temps zéro ; k

constante de vitesse). On observe (fig. 1), après une courte période de latence, deux phases linéaires successives, la seconde ayant une pente plus faible que la première, ce qui suggère l'existence de deux mécanismes réactionnels successifs.

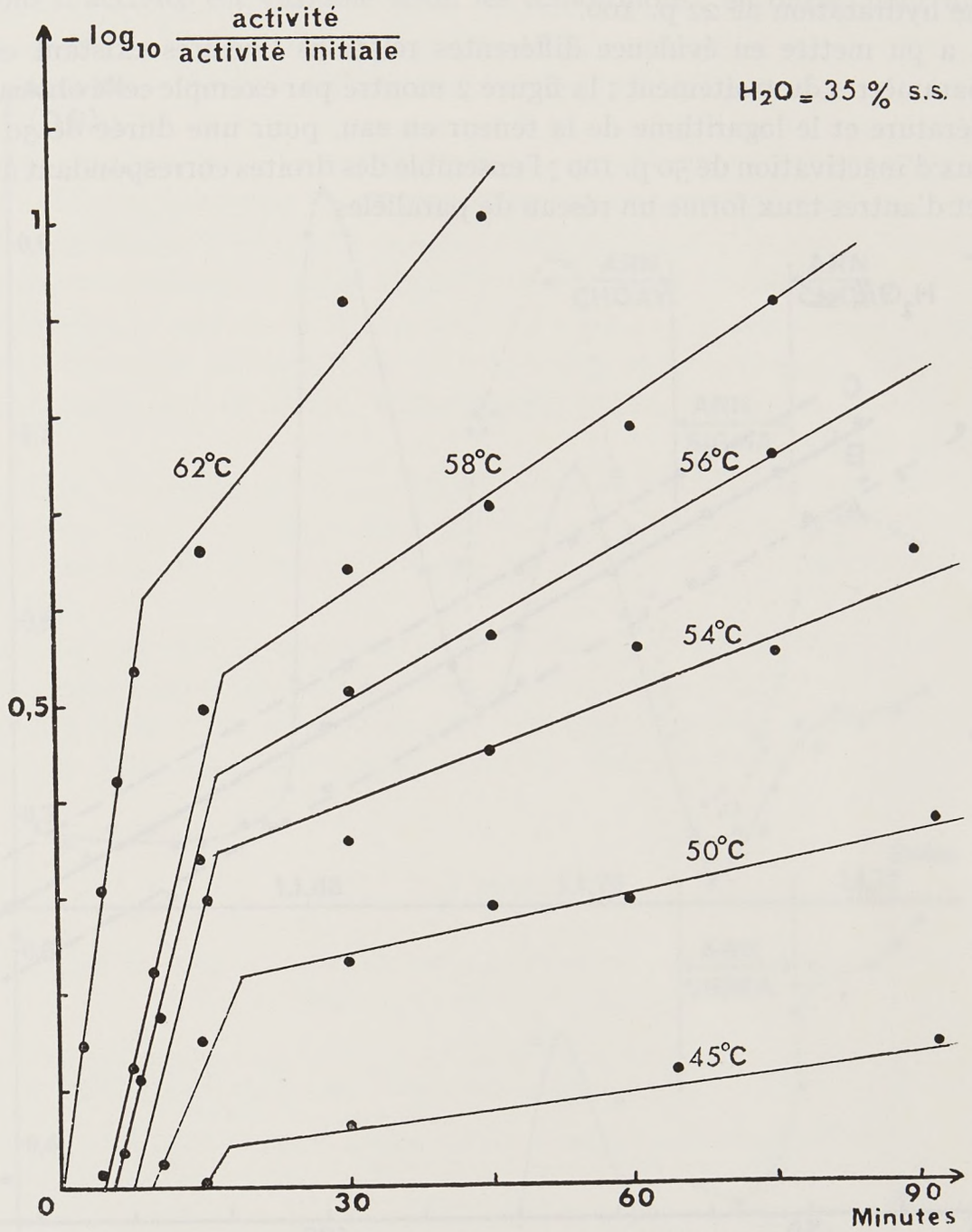


FIG. 1. — *Diminution relative de l'activité de la ribonucléase extractible du blé hydraté à 35 p. 100* (SS) *en fonction de la durée d'un choc thermique réalisé à teneur en eau constante, à diverses températures*

Il est apparu que la première phase de la réaction correspond aux modifications profondes de l'état de liaison de l'eau et de l'énergie des liaisons hydrogène, modifications consécutives au choc thermique, la deuxième phase n'apparaissant que lorsque un nouvel équilibre de l'HR est réalisé.

La détermination des constantes de vitesse k permet de calculer l'énergie d'activation relative à la dénaturation, ainsi que les paramètres thermodynamiques de l'état activé, selon la théorie des « états de transition » de EYRING (1935). Plusieurs constatations importantes se sont dégagées des résultats de ce calcul.

L'énergie d'activation relative à la première phase est plus faible que celle relative à la seconde phase ; l'énergie d'activation, les variations d'enthalpie et d'entropie

d'activation relatives à la deuxième phase passent par une valeur minimale en fonction de la température ; ceci conduit à penser que l'eau joue dans la réaction le rôle d'un catalyseur, ce rôle plus important au cours de la première phase serait maximal pour une hydratation de 22 p. 100.

On a pu mettre en évidence différentes relations linéaires existant entres les divers paramètres du traitement ; la figure 2 montre par exemple celle observée entre la température et le logarithme de la teneur en eau, pour une durée de 30 minutes et un taux d'inactivation de 50 p. 100 ; l'ensemble des droites correspondant à d'autres durées et d'autres taux forme un réseau de parallèles.

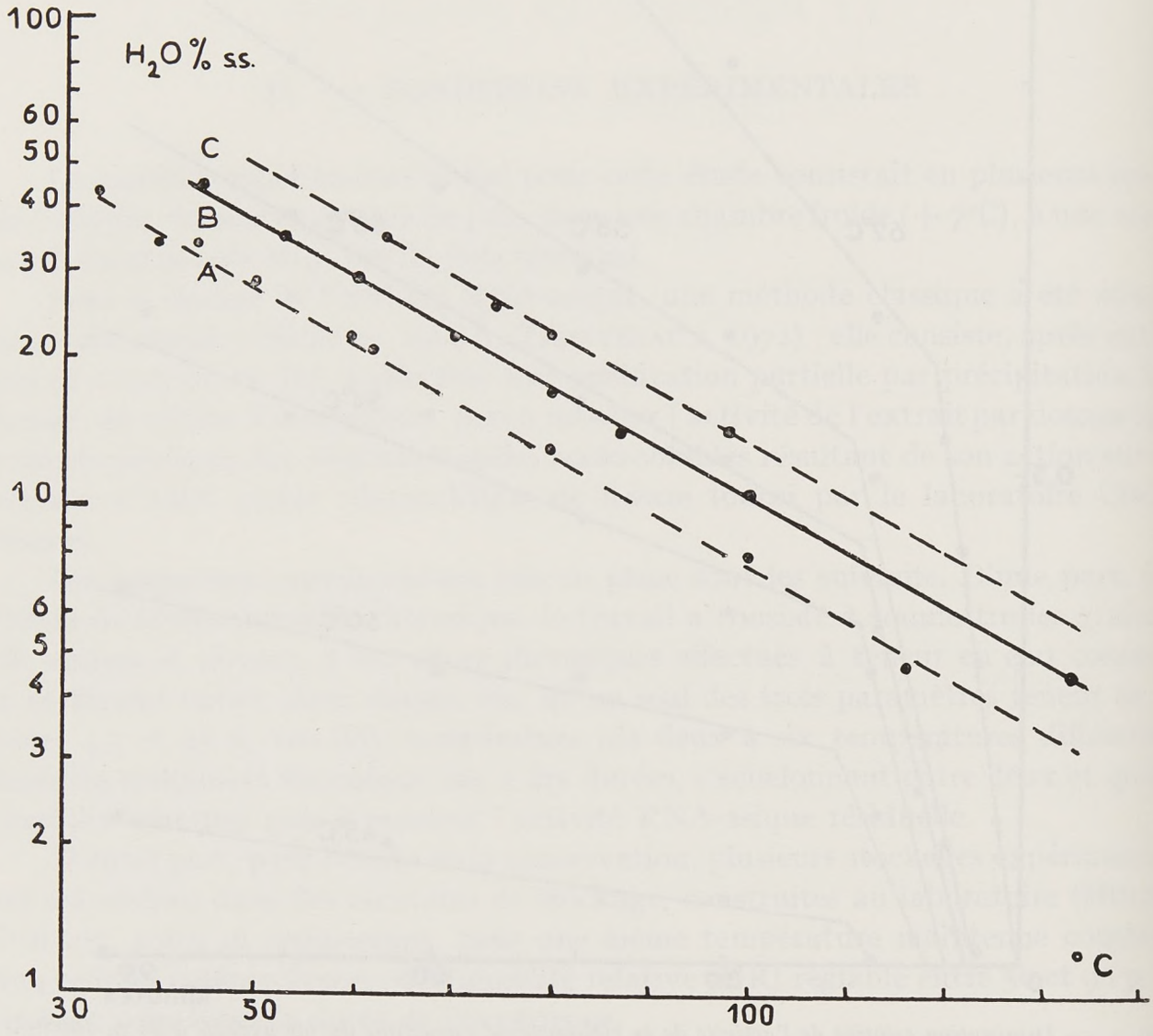


FIG. 2. — *Lieu des points d'égale inactivation de l'activité ribonucléasique du blé, en fonction de la teneur en eau du grain et de la température du choc thermique*

L'existence de ces relations, jointe à la grande thermosensibilité de la ribonucléase, montre qu'il est possible d'utiliser cette enzyme comme test d'altération thermique. Ceci est d'ailleurs confirmé par quelques essais préliminaires de séchage réalisés en semi-grandeur (GUILBOT, LYSAK, MULTON, 1968).

2. — *Dans le cas des stockages expérimentaux*

La figure 3 montre la variation, en fonction du temps, de l'activité RNA-asique du lot témoin, conservé à + 7°C et à une teneur en eau de 16 p. 100 SS.

L'examen de la figure montre que les activités des différents lots de blé témoin

fluctuent cycliquement en fonction de la durée de conservation, que les cycles observés ne correspondent pas à des périodes précises de l'année, les fortes activités ayant été décelées en hiver 1968, en automne 1969 et en été 1971, enfin que l'amplitude des fluctuations d'activité est variable selon les échantillons ; en outre, pour un même

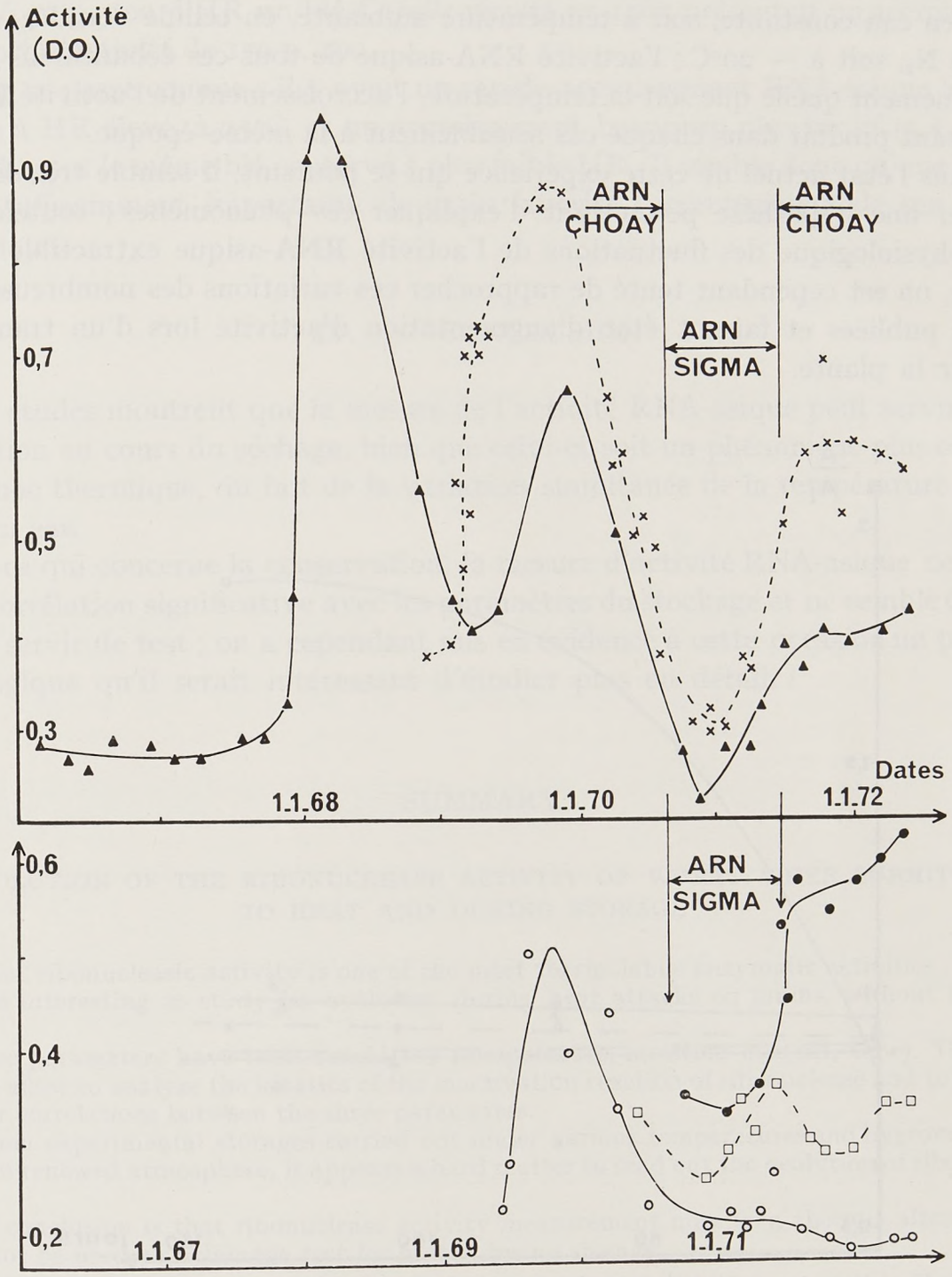


FIG. 3. — *Évolution, en fonction du temps, de l'activité RNA-asique de blés stockés à 7°C, à une teneur en eau de 16 p. 100 SS*

Année de récolte :

▲——▲ 1965 □- - - - - □ 1969
○——○ 1967 ●——● 1970
×- - - - - × 1968

échantillon, l'amplitude semble diminuer avec le temps. Il convient de souligner que MAUZE (1968) a observé que la valeur boulangère optimale d'un lot de blé et la période à laquelle elle apparaît après récolte sont toutes égales, fonction des conditions de

récolte, en particulier de l'état de maturité du grain au moment de celle-ci. Peut-être y a-t-il lieu de rapprocher de ces phénomènes les variations de cycle et d'amplitude observées dans les fluctuations d'activité RNA-asique.

Par ailleurs, lors d'une expérience de conservation de longue durée (C. N. E. E. M. A., 1968) des échantillons du même blé ont été entreposés pendant 26 mois à teneur en eau constante, soit à température ambiante, en cellule ventilée, sous CO_2 ou sous N_2, soit à — 20°C ; l'activité RNA-asique de tous ces échantillons a évolué simultanément quelle que soit la température, l'accroissement de l'activité RNA-asique s'étant produit dans chaque cas sensiblement à la même époque.

Dans l'état actuel de cette expérience qui se poursuit, il semble très difficile de proposer une hypothèse permettant d'expliquer ces phénomènes ; toutefois, si la cause physiologique des fluctuations de l'activité RNA-asique extractible demeure obscure, on est cependant tenté de rapprocher ces variations des nombreuses observations publiées et faisant état d'augmentation d'activité lors d'un traumatisme subi par la plante.

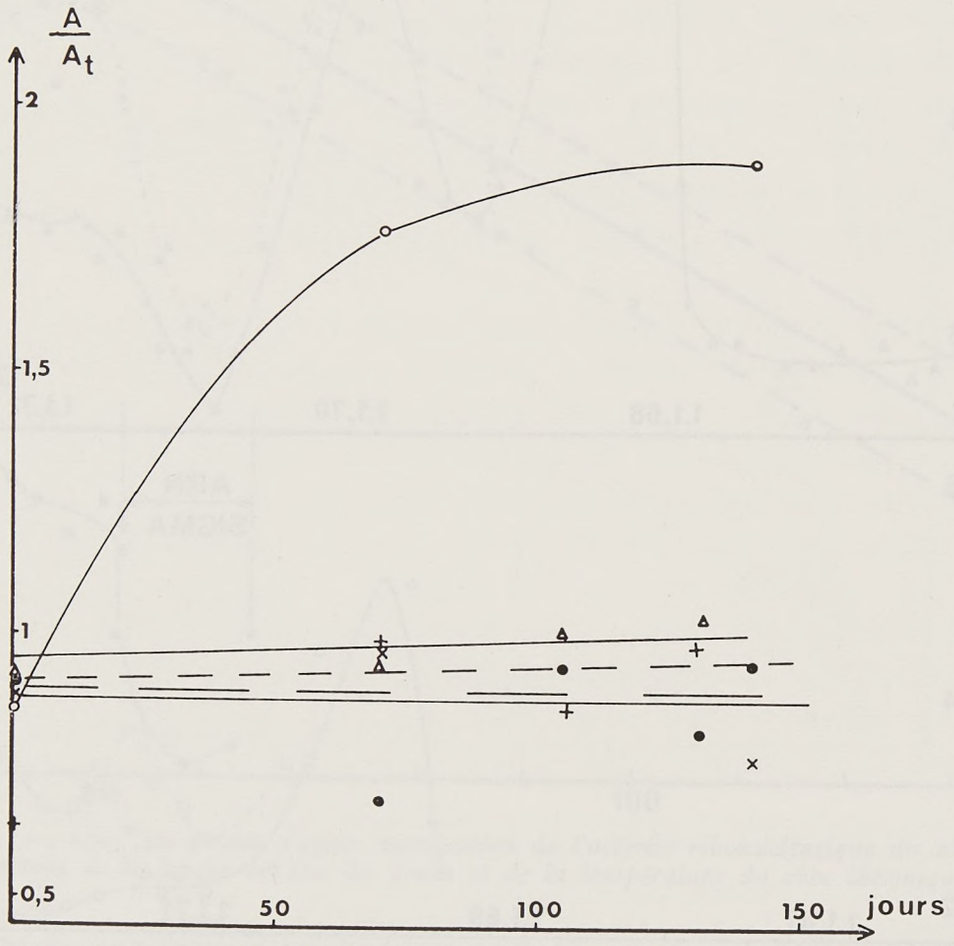


FIG. 4. — *Variations par rapport à celles des témoins de l'activité RNA-asique des blés* Cappelle *récoltés en 1967 et 1968, conditionnés à différentes humidités relatives à 25°C, selon la durée du stockage.*

●———● HR p. 100 : 95-100 } *Cappelle* 1968
+— — —+ — — : 85- 90 }
△———△ — — : 75- 80 }
○———○ — — : 95-100 } *Cappelle* 1967
×— — —× — — : 85- 90 }

L'examen de la figure 4, qui présente l'évolution du rapport de l'activité RNA-asique au temps t à l'activité du lot témoin (temps 0) en fonction de la durée du stockage, conduit à faire la remarque suivante : dans le cas des blés récoltés en 1967 et en

1968 et conditionnés à trois humidités relatives différentes (94, 86 et 78 p. 100) on observe, à la plus forte HR, un important accroissement de l'activité RNA-asique, comparé à celui du lot témoin ; aux autres HR, le rapport reste constant. L'accroissement d'activité ainsi mis en évidence est à rapprocher de l'observation faite par l'un d'entre nous (C. N. E. E. M. A., 1968) selon laquelle, après 30 jours d'un stockage à + 25°C à 90 p. 100 d'HR un blé *Capelle* récolté en 1965 présentait un accroissement du rapport d'activité de 170 p. 100.

Tout se passe comme s'il y avait un rapide accroissement RNA-asique lors d'un stockage à HR élevé, à 25°C, et un accroissement beaucoup plus tardif (9 à 10 mois plus tard) pour le même blé conservé à plus faible HR. Il semble donc qu'une humidification suffisamment importante de grain favorise l'accroissement de son activité RNA-asique.

IV. — CONCLUSION

Ces études montrent que la mesure de l'activité RNA-asique peut servir de test d'altération au cours du séchage, bien que celui-ci soit un phénomène plus complexe qu'un choc thermique, du fait de la variation simultanée de la température et de la teneur en eau.

En ce qui concerne la conservation, la mesure d'activité RNA-asique ne montre pas de corrélation significative avec les paramètres du stockage et ne semble donc pas pouvoir servir de test ; on a cependant mis en évidence à cette occasion un problème physiologique qu'il serait intéressant d'étudier plus en détail.

SUMMARY

EVOLUTION OF THE RIBONUCLEASE ACTIVITY OF WHEAT WHEN SUBMITTED TO HEAT AND DURING STORAGE

Wheat ribonucleasic activity is one of the most thermolabile enzymatic activities ; therefore it seemed interesting to study its evolution during heat attacks on grains, without hydration changes.

Three parameters have been considered (temperature, moisture content, time). The results obtained allow to analyze the kinetics of the inactivation reaction of ribonuclease and to bring out the linear correlations between the three parameters.

During experimental storages carried out under various temperatures and hygrometric conditions, in renewed atmosphere, it appears a hard matter to read out the evolution of ribonucleasic activity.

The conclusion is that ribonuclease activity measurement may be a thermic alteration test but cannot be used as a damage test for grains during storage.

ZUSAMMENFASSUNG

VERÄNDERUNG DER RIBONUCLEASEAKTIVITÄT VON WEIZEN WÄHREND EINES THERMISCHEN SCHOCKS UND IM VERLAUFE DER LAGERUNG

Weizenribonuclease hat eine der thermolabilsten enzymatischen Aktivitäten. Es erschien deshalb lohnenswert, die Schwankungen dieser Aktivität im Verlaufe von thermischer Schockbehandlung der Körner ohne Veränderung der Hydratation zu verfolgen.

Drei Parameter (temperatur, Wassergehalt, Dauer) wurden berücksichtigt. An Hand der Ergebnisse kann die Kinetik der Inaktivierungsreaktion untersucht werden und es lässen sich die zwischen den drei Parametern existierenden linearen Korrelationen feststellen.

Die Veränderung der Ribonucleaseaktivität im Verlaufe von experimentellen Lagerungsversuchen unter verschiedenen Temperatur- und Hygrometriebedingungen und unter Luftumwälzung sind recht schwierig auszuwerten.

Die Messung der Ribonucleaseaktivität kann dennach zwar als Test zur Erkennung einer thermischen Veränderung, nicht aber als ein Test zur Bestimmung einer im Verlaufe der Lagerung entstandenen Degradation der Körner dienen.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Atkin R. K., Srivastava B. I. S., 1969. The changes in soluble proteins of excised barley leaves during senescence and kinetin treatment. *Physiol. Plant.*, **22** (4), 742-750.

Belderok B., 1963. Untersuchungen über die Brauchbarkeit der Tetrazolium-methode beider Bewaertung der Backfähigkeit von Weizen. *Getreide u. Mehl*, **1**, 1-5.

C. N. E. E. M. A., 1968. Expérience *Blé longue durée*, (2), 1966-1968.

De Leo P., Sacher J. A., 1970. Control of ribonuclease and acid phosphatase by auxin and abscissic acid during senescence of *Rhoeo* leaf sections. *Plant Physiol.*, **46**, 806-811.

Eyring H., 1935. The activated complex in chemical reaction. *J. chem. Phys.*, **3**, 107-115.

Guilbot A., Lysak J., Multon J. L., 1968. Badania intensywnego suszenia ziarna pszenicy. *Biuletyn Centralnego Laboratorium*, **12** (1), 13-20.

Hsiao T. C., 1968. Ribonuclease activity associated with ribosomes of zea mays. *Plant Physiol.*, **43** (9), 1355-1361.

Lontai I., Horvath M., Rojik I., 1970. Quantitative changes in the enzymic ribonucleic acid-breakdown due to herbicide treatment of bearley. *Acta Bot. Acad. Sc. Hung.*, **18** (3-4), 321-327.

Marchoux F., 1970. Étude de l'inhibiteur extrait des feuilles de piment. III. Pureté antigénique de la substance active isolée et identifiée à une ribonucléase. *Ann. Phytopathol.*, **2** (4), 629-637.

Mauze C., 1968. Influence des dates de moisson sur l'évolution de la valeur boulangère au cours du temps. *Communication présentée aux journées de Detmold.*

Multon J. L., 1969 *a*. *Contribution à l'étude du rôle de l'eau dans les mécanismes de dénaturation thermique des protéines en milieu solide peu hydraté.* Thèse de Doctorat d'État es-Sciences appliquées, Paris n° 3 800 au C. N. R. S., A. O.

Multon J. L., 1969 *b*. *L'activité ribonucléasique dans les céréales. Méthode de dosage.* 2e thèse de Doctorat.

Multon J. L., Guilbot A., 1967. Méthode de détermination rapide des isothermes de sorption de vapeur d'eau. *Ann. Technol. agric.*, **16** (1), 5-25.

Pilet D., Galpin M., 1971. Increase in ribonuclease activity following mechanical damage of leaf and tuber tissues of *Solanum tuberosum* L. *Planta*, **101**, 317-332.

Sodek L., Wright S. T. C., 1969. The effect of kinetin RNase, acid phosphatase, lipase and esterase levels in detached wheat leaves. *Phytochemistry*, **8** (9), 1629-1640.

Stearn A. E., 1949. Kinetics of biological reactions with special reference to enzymic processes. *Arch. Enzymol*, **9** (25), 25-74.

Trentesaux E., 1972. *Evolution de certaines caractéristiques physiologiques, biochimiques et technologiques du blé en grain* (T. aestivum L.) *en fonction de la température, de l'hygrométrie et de la durée, en atmosphère renouvelée. Contribution à l'étude de l'activité ribonucléasique extractible du caryopse de blé.* Thèse de Docteur — Ingénieur. Paris n° 7 529 au C. N. R. S., A. O.

Wyen N. V., Farkas G. L., 1971. On the nature of nuclease activity associated with cytoplasmic ribosomes isolated from avena leaves. *Biochem. Physiol. Pflanzen* (B. P. P.) Bd, **162** (3), 5220-5224.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (3), 417-426.

L'ACTIVITÉ DE LA DÉCARBOXYLASE GLUTAMIQUE ET DE LA RIBONUCLÉASE COMME INDICES DE L'INFLUENCE DU SÉCHAGE ARTIFICIEL DU BLÉ SUR SES PROPRIÉTÉS GERMINATIVES ET DE PANIFICATION

H. SLUSANSCHI, H. FILIPESCU, E. OPROIU et Z. CSERESNYES

Institut de Recherche pour les Céréales et les Plantes industrielles, Bucarest (Roumanie)

RÉSUMÉ

Quarante-deux lots de blé ont été soumis au séchage artificiel dans des séchoirs de semences industriels, de différents types, on a examiné ensuite des échantillons moyens prélevés de chaque lot avant et après le séchage et mis en équilibre, à la température ambiante, avec l'atmosphère du laboratoire, de sorte que lors de l'examen ils avaient tous pratiquement le même taux d'humidité.

Il n'y a pas eu de corrélation entre l'activité de la décarboxylase glutamique (DG) ou de la ribonucléase (RN) des échantillons non soumis au séchage artificiel et leurs propriétés germinatives ; des activités DG et RN très différentes ont souvent été observées dans des lots ayant des facultés et des énergies germinatives similaires.

Par contre, lorsque le séchage artificiel provoquait un affaiblissement des propriétés germinatives, ce dernier était toujours accompagné d'une baisse des activités DG et RN. Mais cette baisse ne se répercutait pas toujours sur les propriétés de panification, qui, très souvent, étaient pratiquement identiques aux propriétés respectives des échantillons parallèles séchés à la température du laboratoire.

En déterminant l'activité DG ou RN d'un lot de blé avant et après son séchage artificiel, on peut donc tirer des conclusions sur l'éventuel affaiblissement de ses propriétés germinatives, mais pas toujours sur la mesure dans laquelle auraient été affectées aussi ses propriétés de panification.

On sait que lorsque l'on augmente exagérément le régime thermique d'un séchoir à blé afin d'en accroître la productivité, le grain subit des altérations qui affectent principalement les protéines, ce qui a pour conséquence l'adultération de la capacité germinative et de la valeur boulangère (Rohrlich et Brückner, 1956 ; Brückner, 1957 ; Linko, 1966).

Pour déceler ces altérations par une voie plus commode et plus rapide que celle que nous offrent les essais de germination et de panification, on a proposé, entre autres, de recourir à des tests biochimiques mettant en œuvre l'activité de certains enzymes ou systèmes enzymatiques thermosensibles. Parmi ceux-ci, on a signalé dernièrement la décarboxylase de l'acide glutamique (Linko, 1966) et la ribonucléase (Multon et Guilbot, 1968). Les résultats publiés montrent que, si le blé est exposé à une température trop élevée, l'activité de ces enzymes faiblit, ce qui d'ailleurs est corrélatif d'une diminution de la viabilité.

Par ailleurs, on sait que le niveau de l'activité enzymatique du blé n'est pas indépendant du comportement de la farine en panification ; on estime par exemple qu'un blé conservé dans des conditions qui ont conduit à une baisse de sa capacité germinative au-dessous du seuil de 70 p. 100 n'est plus panifiable (Guilbot et Poisson, 1963).

Toutefois cette relation empirique n'a été que peu étudiée dans le cas où la perte de viabilité et la diminution des activités de la décarboxylase glutamique et de la ribonucléase sont dues non à une conservation défectueuse, mais à un traitement thermique excessif.

Nous nous sommes donc proposés d'examiner plusieurs lots commerciaux de blé provenant de différentes régions de Roumanie, pour vérifier dans quelle mesure une éventuelle baisse de l'activité de la décarboxylase glutamique et de la ribonucléase, due aux conditions dans lesquelles a été effectué le séchage artificiel des grains, est corrélative de l'altération des propriétés de germination et de la valeur boulangère.

MATÉRIEL ET MÉTHODES

Nous avons examiné 84 échantillons moyens de blé, représentatifs des prélèvements effectués sur 42 lots, avant et après le séchage artificiel effectué dans les différents types de séchoirs industriels utilisés dans le réseau de silos de l'État roumain. Les procédés de séchage utilisés sont très différents, la température de l'air de séchage à l'entrée variant de 78°C à 180°C, et la température atteinte par les grains pendant le séchage allant de 30°C à 80°C.

Les échantillons, dont les teneurs en eau étaient comprises respectivement entre 16 et 23 p. 100 pour ceux prélevés avant le séchage, et entre 11 et 16 p. 100 pour ceux prélevés après le séchage, ont été exposés pendant plusieurs jours, en couche mince, à l'air du laboratoire, pour les amener à une teneur en eau pratiquement uniforme, d'environ 12 à 14 p. 100. Ensuite, prélevée sur chaque échantillon, une prise d'essai de 100 g a été broyée finement, la détermination des activités enzymatiques étant effectuée sur le broyat ainsi obtenu.

L'activité de la décarboxylase de l'acide glutamique (DG) a été déterminée selon Rohrlich (1957 *b*) dans des conditions décrites par ailleurs (Schuster et Filipescu, 1972).

L'activité de la ribonucléase (RN) a été déterminée selon la méthode décrite par Wilson et Alexander (1967) et adaptée par Filipescu *et al.* (1972).

Une partie aliquote de chaque échantillon de grains a servi aux déterminations

d'énergie et de capacité germinatives, effectués selon la norme d'État STAS 1634-66. Le reste a été moulu dans un moulin pneumatique de laboratoire Bühler, pour obtenir la farine (taux d'extraction 70 p. 100) nécessaire aux essais de panification.

Après avoir étudié les caractéristiques de la farine au farinographe et à l'amylographe, une prise d'essai de 300 g (teneur en eau : 14 p. 100) était additionnée des quantités d'eau, de sel et de levure nécessaires pour obtenir une pâte de consistance égale à 400 unités Brabender. Puis 400 g de pâte ont été utilisés pour préparer un pain (l'expression de son volume étant rapportée à 100 g de farine à 14 p. 100 de teneur en eau).

RÉSULTATS ET DISCUSSION

L'examen des échantillons prélevés avant séchage a montré qu'il n'y a pas de corrélation entre la capacité germinative et l'activité DG ou RN des grains. En effet, le tableau 1 laisse voir que des lots de blé ayant des énergies et des facultés

TABLEAU 1

Blé témoin non séché. Lots de viabilité semblable, mais ayant des niveaux différents d'activité de la décarboxylase glutamique (DG) *et de la ribonucléase* (RN)

Lot n°	Énergie germinative p. 100	Capacité germinative p. 100	Activité DG	Activité RN
4	90	90	163	195
5	91	91	109	312
14	89	89	130	283
16	90	90	118	396
17	89	89	129	322
39	91	91	131	234
41	90	93	152	253
18	84	86	106	383
20	86	86	127	353
22	87	87	117	334
2	79	83	189	195
6	78	82	145	323
7	82	83	143	355
8	84	84	122	321
9	74	75	133	343
19	77	79	105	376
27	77	77	125	261

Activité DG : µl CO_2/g subst. sèche/ 30 mn.

Activité RN : unités/g subst. sèche. L'unité d'activité RN est la quantité d'enzyme qui détermine une variation de 0,1 de l'absorption, dans des conditions opératoires données (cf. le texte).

germinatives similaires ont manifesté des activités DG et RN très différentes, tandis que le tableau 2 montre que des lots de blé très dissemblables au point de vue germination peuvent avoir pratiquement les mêmes activités DG ou RN.

TABLEAU 2

Blé témoin non séché. Lots dont l'activité de la décarboxylase glutamique (DG) *ou de la ribonucléase est similaire, mais dont la germination est différente*

Lot n°	Activité DG	Énergie germinative p. 100	Faculté germinative p. 100	Lot n°	Activité RN	Énergie germinative p. 100	Faculté germinative p. 100
15	108	68	70	2	195	79	83
19	105	77	79	4	195	90	90
40	106	85	94	36	195	84	93
13	125	39	66	3	261	48	71
3	126	48	71	26	259	65	78
27	125	77	77	27	261	77	77
20	127	86	86	38	254	98	98
35	155	55	76	11	332	52	55
24	154	61	88	32	332	73	73
41	152	90	93	22	332	87	87
38	151	98	98	29	330	73	91

Unités de mesure des activités DG et RN : cf. tabl. 1.

Ces observations viennent à l'appui du fait déjà signalé depuis longtemps que l'activité DG du blé dépend non seulement de son état sanitaire, mais aussi de la variété et de la région de culture (Rohrlich, 1957 *a* ; Linko et Sogn, 1969). Ce fait n'a pas, jusqu'à présent, retenu toute l'attention qu'il mérite.

L'examen du tableau 1 montre également qu'il n'y a pas de liaison étroite entre le sens dans lequel varie, d'un échantillon à l'autre, l'activité DG et celui dans lequel varie l'activité RN : des lots ayant pratiquement la même capacité germinative et la même activité DG peuvent manifester des activités RN très différentes (par exemple, les lots 14, 17 et 39, et les lots 19 et 27).

Il s'ensuit donc que ni l'activité DG, ni l'activité RN ne représentent des indices sûrs pour apprécier l'état sanitaire et la viabilité du blé après séchage. Cependant, la littérature cite des coefficients de corrélation très élevés entre l'activité DG, le logarithme de cette activité et le pourcentage de germination, non seulement dans le cas du blé (Linko et Sogn, 1960 ; Linko, 1961), mais encore dans le cas du maïs (Bautista et Linko, 1962) et du riz (Bautista *et al.*, 1964). Mais en examinant les graphiques publiés par ces auteurs, on peut constater que, tout comme dans nos essais, des échantillons dont les capacités germinatives sont très différentes peuvent avoir les mêmes activités DG et inversement ; il en résulte que l'interprétation des résultats obtenus dans un cas isolé est incertaine.

L'examen des échantillons prélevés après le séchage du blé a montré que, chaque

fois que les conditions opératoires n'avaient pas affecté les propriétés germinatives, les activités DG et RN s'étaient maintenues elles aussi pratiquement au niveau précédant le séchage (tabl. 3).

TABLEAU 3

Blé séché. Lots dont le séchage n'a pratiquement influencé ni la germination, ni l'activité DG et RN

Lot n°	Avant le séchage				Après le séchage			
	Énergie germinative p. 100	Faculté germinative p. 100	Activité		Énergie germinative p. 100	Faculté germinative p. 100	Activité	
			DG	RN			DG	RN
5	91	91	109	312	88	90	111	329
7	82	83	143	355	82	84	130	351
8	84	84	122	321	82	83	107	313
9	74	75	133	343	74	78	124	332
19	77	79	105	376	71	74	102	375
38	98	98	151	254	93	94	141	250
39	91	91	131	234	88	89	117	231

Unités de mesure des activités DG et RN : cf. tabl. 1.

Par contre, lorsque le séchage provoquait une diminution de la capacité germinative, les deux activités enzymatiques étaient elles aussi atteintes (tabl. 4).

TABLEAU 4

Blé séché. Lots dont le séchage a influencé la germination et l'activité DG et RN

Lot n°	Avant le séchage				Après le séchage			
	Énergie germinative p. 100	Faculté germinative p. 100	Activité		Énergie germinative p. 100	Faculté germinative p. 100	Activité	
			DG	RN			DG	RN
2	79	83	189	195	37	41	95	121
14	89	89	130	283	40	45	70	180
16	90	90	118	396	54	58	76	246
17	89	89	129	322	62	65	91	234
20	86	86	127	353	59	59	79	268
26	65	78	107	259	31	56	71	203
30	71	83	110	163	0	0	16	0
32	73	73	112	332	60	64	85	264

Unités de mesure des activités DG et RN : cf. tabl. 1.

TABLEAU 5

Blé séché. Lots dont la baisse de la germination et des activités DG et RN est accompagnée d'une altération des propriétés de panification

Indices déterminés	Lot nº 2		Lot nº 3		Lot nº 14		Lot nº 16		Lot nº 20	
	Avant	Après	Avant	Après	Avant	Après	Avant	Après	Avant	Après
Énergie germinative, p. 100	79	37	48	5	89	40	90	54	86	59
Faculté germinative, p. 100	83	41	71	9	89	45	90	58	86	59
Activité DG	189	95	126	50	130	70	118	76	127	79
Activité RN	195	121	261	32	283	180	396	246	353	268
Farinographe (UB)	38	38	40	40	40	40	42	45	44	47
Amylographe (UA)	425	560	470	580	430	480	220	250	300	529
Volume du pain (ml)	503	467	580	452	519	454	552	505	529	503

Unités de mesure des activités DG et RN : cf. tabl. 1.
UB = unités Brabender.
UA = unités amylographiques (de la viscosité maximum).

TABLEAU 6

Blé séché. Lots dont la baisse de la germination et des activités DG et RN n'est pas accompagnée d'une altération des propriétés de panification

Indices déterminés	Lot n° 12		Lot n° 17		Lot n° 26		Lot n° 32		Lot n° 42	
	Avant	Après	Avant	Après	Avant	Après	Avant	Après	Avant	Après
Énergie germinative, p. 100	60	45	89	62	65	31	73	60	56	36
Faculté germinative, p. 100	68	51	89	65	78	56	73	64	81	53
Activité DG	94	83	129	91	107	71	112	85	195	136
Activité RN	348	301	281	206	223	178	288	230	—	—
Farinographe (UB)	42	41	43	46	40	46	41	40	52	52
Amylographe (UA)	160	160	230	230	270	270	860	920	—	—
Volume du pain (ml)	518	517	526	534	500	503	479	491	479	482

Unités de mesure des activités DG et RN : cf. tabl. 1.
UB = unités Brabender.
UA = unités amylographiques (de la viscosité maximum).

Il s'ensuit donc que la détermination de l'activité DG ou RN, avant et après le séchage artificiel d'un lot de blé, peut servir à déceler une éventuelle altération de ses propriétés germinatives, due à des conditions défectueuses de séchage. D'ailleurs, on a déjà signalé le fait qu'après une dégradation thermique l'activité DG d'un blé est affaiblie (Brückner, 1965 ; Linko, 1966). L'effet négatif que l'élévation exagérée de la température exerce sur l'activité RN est lui aussi connu (Multon et Guilbot, 1967).

La diminution des activités DG et RN et de la capacité germinative résultant d'un séchage artificiel défectueux n'entraîne pas toujours une altération de la valeur boulangère du blé, même lorsque sa capacité germinative descend au-dessous de 70 p. 100, limite considérée comme représentant le seuil minimal acceptable lorsque la capacité germinative diminue au cours d'un stockage. Au contraire, assez souvent, on peut constater une légère amélioration de la valeur boulangère (augmentation de l'indice obtenu au farinographe et du volume du pain) résultant évidemment de l'action que la chaleur exerce sur les protéines constitutives du gluten (tabl. 5 et 6).

D'ailleurs, il est bien connu qu'en soumettant les farines faibles à un traitement thermique convenable on peut améliorer leur valeur boulangère.

CONCLUSIONS

La corrélation entre l'activité de la décarboxylase glutamique ou l'activité de la ribonucléase d'une part, et la capacité germinative des blés de différentes variétés et provenances d'autre part, n'est pas assez étroite pour constituer une base suffisamment sûre d'appréciation de la viabilité d'un lot de blé quelconque.

La détermination de l'activité de la décarboxylase glutamique ou de la ribonucléase, avant et après le séchage d'un lot de blé, permet toutefois de tirer des conclusions sûres en ce qui concerne l'éventuelle baisse de sa capacité germinative.

La diminution de l'activité de la décarboxylase glutamique ou de la ribonucléase et la baisse de la capacité germinative, dans le cas d'un régime de séchage excessif, ne sont pas toujours corrélatives de l'altération des propriétés de panification et, par conséquent, ne permettent pas de tirer des conclusions certaines concernant les effets du séchage sur la valeur boulangère du blé.

SUMMARY

GLUTAMIC DECARBOXYLASE AND RIBONUCLEASE ACTIVITIES AS INDICATORS OF THE INFLUENCE OF ARTIFICIAL DRYING OF WHEAT ON ITS GERMINATION AND BAKING PROPERTIES

Fourthy-two wheat lots were submitted to artificial drying in different types of industrial graindryers. Average samples drawn from each lot before and after drying were then brought into equilibrium with the laboratory atmosphere at room temperature, so that, when they were examined, they had all practically the same water content.

There was no correlation between the glutamic decarboxylase (GD) or ribonuclease (RN)

activity of the not artificially dried samples and their germination properties ; very different GD- and RN-activities had often been observed on lots having similar germination abilities and energies.

On the contrary, whenever artificial drying induced a depression of the germination properties, this was always accompanied by a diminution of the GD- and RN-activities. However, this diminution had not always repercussions on the baking properties which, very often, were practically identical to those of the parallel samples dried at laboratory temperature.

By determining the GD- or RN-activity of a wheat lot before and after its artificial drying, one may draw conclusions about an eventual weakening of its germination properties, but not always also about the degree of a possible depression of its baking properties.

ZUSAMMENFASSUNG

DIE AKTIVITÄT DER GLUTAMINSÄUREDECARBOXYLASE UND DER RIBONUCLEASE ALS MERKMAL DES EINFLUSSES DER KUNSTLICHEN TROCKNUNG DES WEIZENS AUF DESSEN KEIM-UND BACKFÄHIGKEIT

42 Weizenpartien wurden der kunstlichen Trocknung in verschiedenen Typen von industriellen Samentrocknern unterworfen. Vor und nach der Trocknung von jeder Partie entnommene Durchschnittsmuster wurden alsdann bei Raumtemperatur mit der Luft des Laboratoriums in Gleichgewicht gebracht, so dass sie zur Zeit der Untersuchung alle praktisch denselben Wassergehalt hatten.

Es wurde keine Korrelation zwischen der GD- oder der RN-Aktivität der nicht künstlich getrockneten Muster und deren Keimfägigkeit festgestellt ; sehr verschiedene GD- oder RN-Aktivitäten konnten oftmals bei Partien beobachtet werden, welche ähnliche Keimfähigkeiten und Keimenergien hatten.

Sobald aber die künstliche Trocknung eine Schwächung der Keimfähigkeit hervorrief, war diese immer von einer Abnahme der GD- und RN-Aktivität begleitet. Diese Abnahme wirkte aber nicht immer auf die Backfähigkeit zurück ; diese blieb sehr oft praktisch gleich derjenigen der an der Temperatur des Laboratoriums getrockneten Parallelmuster.

Die Bestimmung der GD- oder RN-Aktivität einer Weizenpartie, vor und nach deren künstlichen Trocknung, ermöglicht somit Rückschlüsse über eine eventuelle Abnahme ihrer Keimeigenschaften, nicht aber immer auch über den Massstab in welchen ihre Backfähigkeit mitbeeinträchtigt werden konnte.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Bautista G. M., Linko P., 1962. Glutamic acid decarboxylase activity as a measure of damage in artificially dried and stored corn. *Cereal Chem.*, **39**, 455-459.

Bautista G. M., Lugay J. C., Cruz L. J., Juliano B. O., 1964. Glutamic acid decarboxylase activity as a viability index of artificially and stored rice. *Cereal Chem.*, **41**, 188-191.

Brückner G., 1957. Bestimmung von Hitzeschäden bei der Getreidetrocknung. Eine Studie zur Problematik. *Getreide u. Mehl*, **7** (10), 81-85.

Brückner G., 1965. Mahlversuche mit getrocknetem Weizen. *Mühle*, **102** (41), 796-798.

Filipescu H., Schuster R. H., Cseresnyes Z., Oproiu E., 1972. Aprecierea prin indici biochimici a degradării bobului de grîu la uscarea artificiala. *Analele I. C. C. P. T.*, **38**, Seria C, 99-111.

Guilbot A., Poisson J., 1963. Conditions de stockage et durée de conservation des grains. *Meun. fr.*, (163), 15-27.

Linko P., 1961. Simple and rapid manometric method for determining glutamic acid decarboxylase activity as quality index of wheat. *J. agric. Food Chem.*, **9** (4), 310-313.

Linko P., 1966. Beobachtungen über Hitzeschäden bei Getreide. *Getreide u. Mehl*, **16** (8), 86-90.

Linko P., Sogn L., 1960. Relation of viability and storage deterioration to glutamic acid decarboxylase in wheat. *Cereal Chem.*, **37**, 489-499.

Multon J.-L., Guilbot A., 1967. Effets sur l'activité ribonucléasique du blé d'un traitement thermique effectué sur le grain vivant, très humide. *C. R. Acad. Sc.*, **264**, Série D, 763-766.

Multon J.-L., Guilbot A., 1968. Recherche de critères de début d'altération : incidence d'un choc thermique effectué sur le grain de blé à hydratation constante vis-à-vis de l'activité ribonucléasique extractible et du temps moyen de germination. *Ind. aliment. agric.*, **85**, 795-801.

Rohrlich M., 1957 *a*. Glutaminsäuredecarboxylase im Getreide. *Getreide u. Mehl*, **7** (11), 89-91.

Rohrlich M., 1957 *b*. Untersuchungen über die Glutaminsäuredecarboxylase im Getreide. II. Manometrische Messung der Glutaminsäuredecarboxylaseaktivität. *Z. Lebensmitt. Unters. Forsch.*, **105**, 189-194.

Rohrlich M., Brückner G., 1956. Einfluss der Trocknung des Weizens auf Fermentaktivität und Klebereiweiss. *Mühle*, **93** (2), 13-15 ; (3), 28-29.

Schuster R. H., Filipescu H., 1972. Influenta parametrilor experimentali la determinarea activitàtii decarboxilazei acidului glutamic la grîu. *Analele I. C. C. P. T.*, **38**, Seria C, 113-123.

Wilson C. M., Alexander D. E., 1967. Ribonuclease activity in normal and opaque-2 mutant endosperm of maize. *Science*, **155** (3769), 1575-1576.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (3), 427-432.

ÉVOLUTION DE CERTAINS CONSTITUANTS DU MAÏS EN FONCTION DE DIVERSES CONDITIONS DE STOCKAGE ET DE SÉCHAGE

Marie-Thérèse TOLLIER et A. GUILBOT

Station de Biochimie et de Physicochimie des Céréales
au C. E. R. D. I. A., I. N. R. A.,
91305 Massy (France)

RÉSUMÉ

Les modifications de certains constituants glucidiques du maïs ont été étudiées après séchage des grains (80°C et 140°C) soit directement après la récolte, soit après un traitement de préstockage (échauffement en cellules ou conservation par ventilation d'air refroidi). De plus, on a déterminé la sensibilité de l'amidon à l'α-amylase bactérienne et l'activité amylasique des divers échantillons.

La température de séchage n'a pas d'effet notable sur la quantité de glucides extractibles par l'éthanol à 80°GL. Par contre, la vitesse initiale d'amylolyse (VI) et la fraction d'amidon facilement hydrolysable (FH) augmentent de façon sensible. L'activité α-amylasique des grains est complètement détruite lorsque le séchage est effectué à 140°C.

L'échauffement en cellules avant séchage affecte fortement la composition glucidique du maïs-grain. La quantité de glucides alcoolosolubles croît et des produits de dégradation de l'amidon et du raffinose peuvent être mis en évidence. Quelle que soit la température de séchage ultérieure, l'allure de l'amylolyse des échantillons correspondant à ce traitement est semblable à celle du « témoin récolte » ; seule la fraction d'amidon facilement hydrolysable est légèrement plus élevée.

La conservation par ventilation d'air refroidi avant séchage a tendance à provoquer une diminution du pourcentage de sucres de même qu'une diminution de la sensibilité de l'amidon à l'amylase bactérienne.

Pour les échantillons correspondant à ces deux traitements de préstockage, l'activité α-amylasique est plus élevée que celle des témoins, même après séchage à température élevée ; ceci est attribué au développement des micro-organismes.

Les principales connaissances concernant l'évolution biochimique du grain de maïs au cours du stockage ou du séchage ont été mentionnées dans les articles de Montreuil *et al.* (1966) et de Lagrandeur *et al.* (1968).

Les études suivantes sont relatives à l'évolution de la composition glucidique du maïs : glucides éthanolosolubles, amidon ainsi que l'activité amylasique en fonction soit de la température d'un séchage effectué aussitôt après récolte de maïs à teneur en eau de 36-38 p. 100, soit de l'action conjuguée de divers modes de préstockage à l'état humide et du séchage ultérieur.

A partir des résultats obtenus au cours de ces travaux, il est possible d'espérer pouvoir dégager des tests permettant de préciser les conditions de stockage ou de séchage subies par les grains.

MATÉRIEL ET MÉTHODES

Les travaux ont été effectués avec des lots de maïs *INRA 258* séché à diverses températures, soit immédiatement après récolte, soit après échauffement en cellules ou après conservation par ventilation d'air refroidi.

Sur ces différents échantillons, nous avons déterminé :

1° la composition de la fraction glucidique éthanolosoluble, soit par la méthode à l'anthrone, soit par des méthodes enzymatiques spécifiques ;

2° la teneur en amidon, selon EWERS (1965) ;

3° l'activité α-amylasique selon PERTEN (1966) ;

4° enfin la sensibilité de l'amidon cru à l'action de l'α-amylase bactérienne constituant ainsi un test de digestibilité *in vitro*. Nous ne nous étendrons pas sur le protocole expérimental, celui-ci ayant été décrit par ailleurs (LAGRANDEUR *et al.*, 1968 ; TOLLIER *et al.*, 1971).

RÉSULTATS ET INTERPRÉTATION

Nous examinerons tout d'abord l'influence de la température de séchage du maïs-grain traité juste après récolte.

Les teneurs en glucides éthanolosolubles et en amidon ne présentent aucune évolution, que le maïs soit séché à température ambiante, à 80 ou à 140°C. L'activité α-amylasique, par contre, est détruite par la chaleur.

La figure 1 représente, en fonction du temps, les cinétiques d'α-amylolyses bactériennes des maïs à l'état cru.

Pour mieux préciser les phénomènes observés en fonction des différents traitements, nous avons suivi l'évolution de la vitesse initiale (VI), de la vitesse finale (VF) et de la quantité de fraction facilement hydrolysable (FH). Avec les maïs séchés à température ambiante TR, à 80 ou à 140°C, la valeur des paramètres mesurés VI, VF et FH présente une augmentation importante, et d'autant plus marquée que la température est plus élevée (R 80° — R 140°).

Nous aborderons maintenant les résultats concernant l'influence de l'action conjuguée de divers modes de préstockage à l'état humide et du séchage ultérieur.

Dans le tableau 1, nous avons rassemblé les teneurs en glucides éthanolosolubles

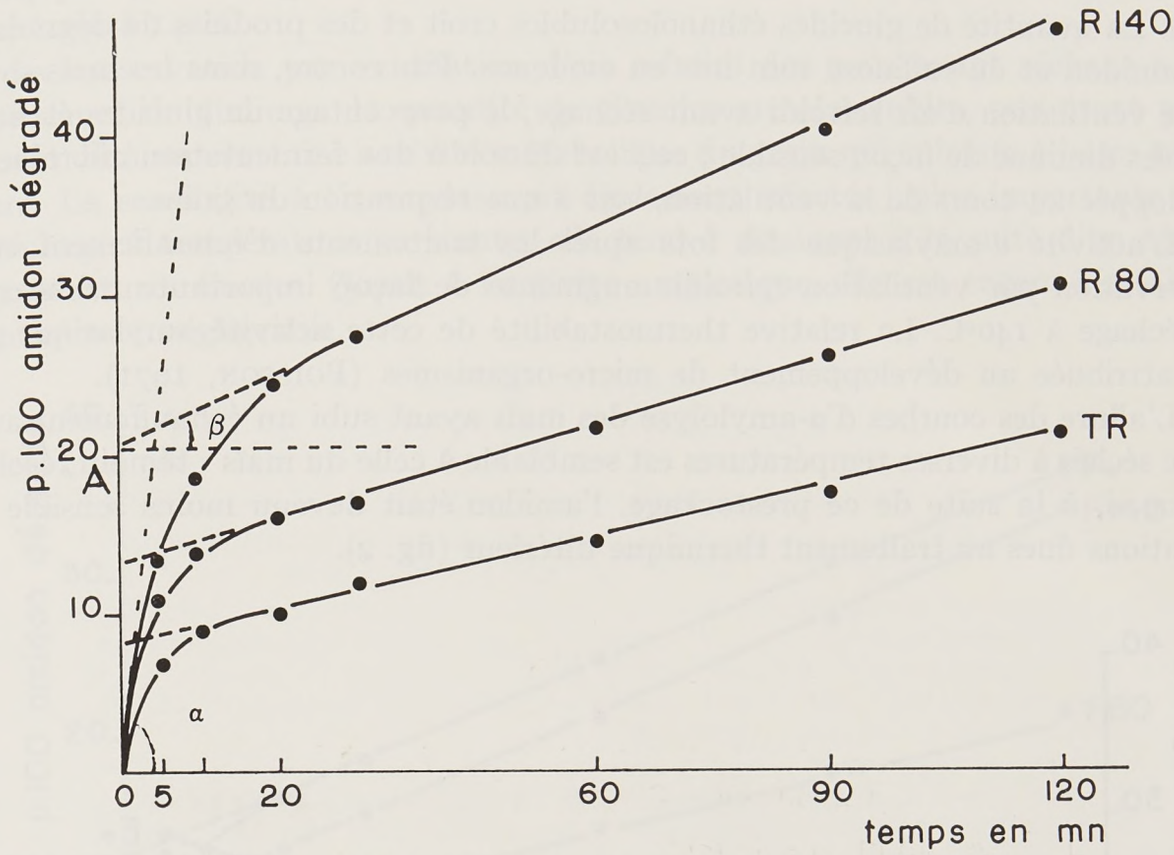


FIG. 1. — *Évolution en fonction du temps de l'α-amylolyse à l'état cru des maïs séchés à température ambiante* (TR), *à 80° et à 140°C*

TABLEAU I

Influence conjuguée du préstockage et de la température de séchage du maïs-grain

	TR	E	E 80	E 140	F	F 80	F 140
Glucides alcoolosolubles	1,75	4,12	4,22	4,50	1,41	1,40	1,38
Glucose	0,12	—	1,19	1,29	—	0,09	0,06
Saccharose	1,01	1,25	1,29	0,99	0,70	0,79	0,62
Fructose	0,82	—	1,15	1,24	—	0,62	0,56
Amidon	70,8	68,6	70,0	70,1	70,9	72,0	70,3
Activité α-amylasique	1,25	30,0	10,0	3,3	4,5	2,4	0,2

et les activités α-amylasiques des échantillons ayant subi soit un échauffement en cellules, soit une ventilation d'air refroidi avant d'être séchés.

L'échauffement en cellules affecte fortement la composition glucidique du grain. La quantité de glucides éthanolosolubles croît et des produits de dégradation de l'amidon et du raffinose sont mis en évidence. Par contre, dans les maïs soumis à une ventilation d'air refroidi avant séchage, le pourcentage de glucides éthanolosolubles diminue de façon sensible ; ceci est dû soit à une fermentation microbienne, développée au cours de la ventilation, soit à une respiration du grain.

L'activité α-amylasique des lots après les traitements d'échauffement et de conservation par ventilation refroidie augmente de façon importante même après un séchage à 140°C. La relative thermostabilité de cette activité amylasique peut être attribuée au développement de micro-organismes (Poisson, 1971).

L'allure des courbes d'α-amylolyse des maïs ayant subi un échauffement avant d'être séchés à diverses températures est semblable à celle du maïs « témoin récolte », comme si, à la suite de ce préstockage, l'amidon était devenu moins sensible aux altérations dues au traitement thermique ultérieur (fig. 2).

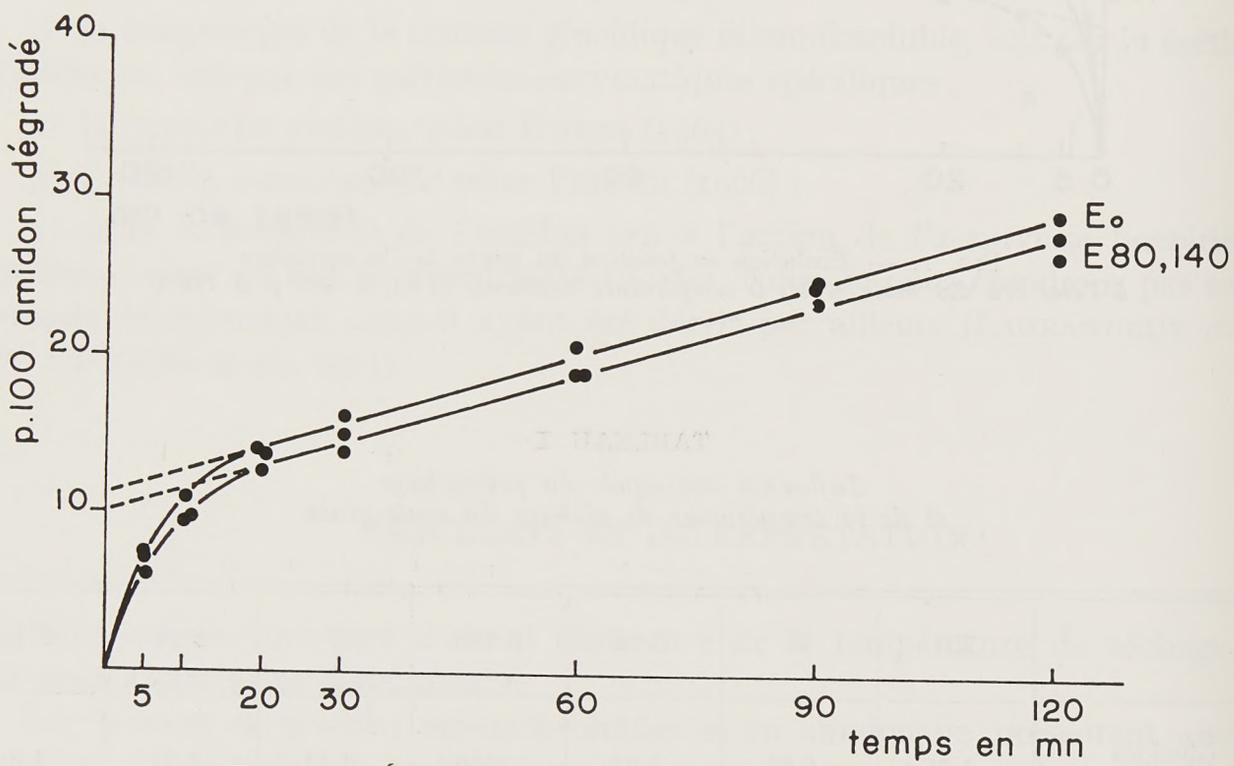


Fig. 2. — *Évolution en fonction du temps de l'α-amylolyse à l'état cru des maïs ayant subi un échauffement avant d'être séchés à température ambiante,* (E_0), *à 80°* (E 80) *et à 140°C* (E 140)

Dans le cas des maïs soumis à une ventilation d'air refroidi avant séchage à température ambiante (fig. 3), les valeurs de VI et de FH augmentent par rapport au « témoin récolte » ; on observe, de plus, que l'action de la chaleur après ce traitement a pour effet de diminuer la quantité de fraction facilement attaquable ainsi que la vitesse initiale d'amylolyse.

Des trois traitements mis en œuvre, « l'échauffement en cellules » est celui qui semble avoir dégradé le plus l'amidon. Par rapport au « témoin récolte », l'augmentation de l'activité amylasique propre au grain ou provenant des micro-organismes qui se sont développés est responsable de l'accroissement des glucides de faible poids

moléculaire. A noter également qu'après ce préstockage le traitement thermique a un effet nettement moins important sur la sensibilisation de l'amidon à l'amylase. En ce qui concerne l'activité amylasique, elle est encore importante même après un séchage à 140°C.

La conservation par ventilation d'air refroidi des maïs avant séchage a pour conséquence de diminuer la quantité de glucides alcoolosolubles, ceci étant probablement dû à une certaine activité métabolique du grain qui subsiste à basse température. La sensibilité à l'α-amylase est également affectée ; plus importante après un séchage à température ambiante, elle tend à diminuer à la suite d'un séchage à températures élevées. Quant à l'activité amylasique, elle est encore décelable en quantité non négligeable.

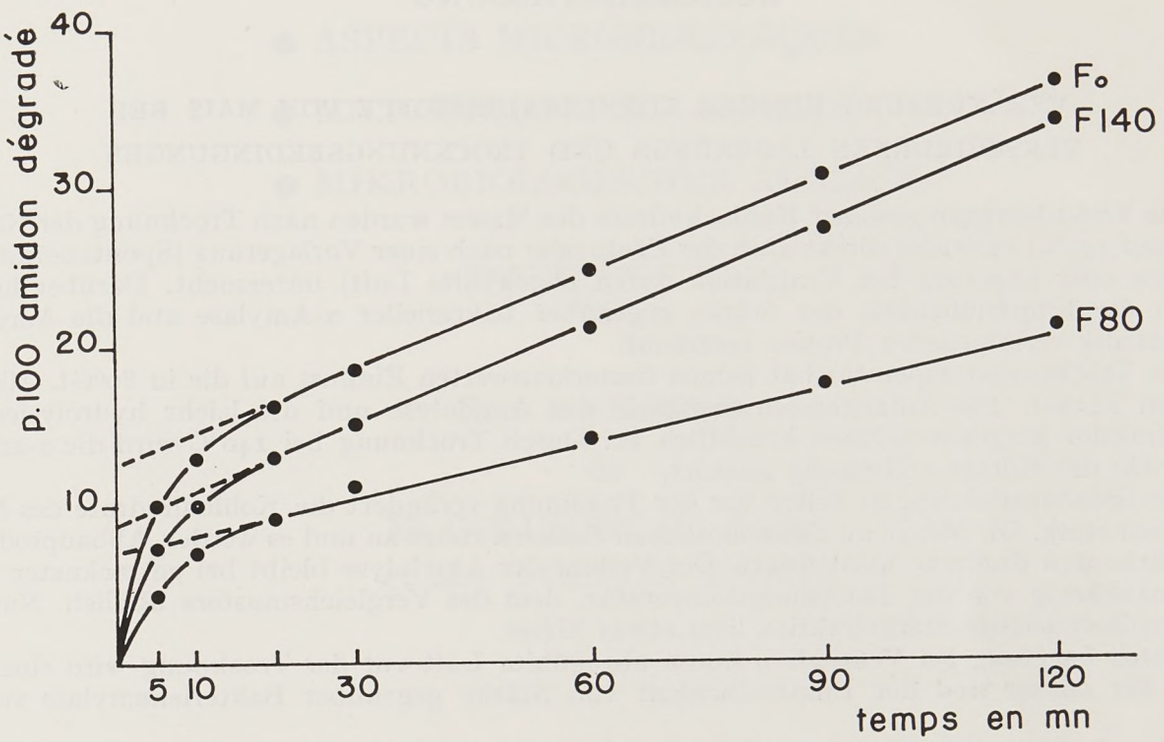


FIG. 3. — *Évolution en fonction du temps de l'α-amylolyse à l'état cru des maïs ayant subi une ventilation d'air refroidi avant d'être séchés à température ambiante* (F_0), *à 80°* (F 80) *et à 140°C* (F 140)

Dans les conditions actuelles de nos connaissances, il semble que le séchage du maïs dès la récolte soit le seul traitement à recommander. Les conditions de préstockage doivent surtout éviter l'échauffement et la prolifération des micro-organismes.

Dans le cas où une partie du grain doit attendre un certain temps avant le séchage, la ventilation par air refroidi semble un moindre mal par rapport à l'absence de ventilation qui conduit à l'échauffement.

SUMMARY

CHARACTERISTICS OF THE CARBOHYDRATE COMPOSITION OF THE MAIZE KERNEL

The change of certain sugars in the maize kernel was studied after drying (80 and 140°C) and during storage of wet corn (spontaneous heating in bin and cooling ventilation). Alpha-amylolysis of starch and alpha-amylase activity were also determined on various samples.

The drying temperatures have no effect on the percentage of alcohol-soluble sugars. However the initial speed of amylolysis (VI) and the easily hydrolysable starch fraction (FH) increase appreciably. The alpha-amylase activity is completely destroyed by drying at 140°C.

The in-bin spontaneous heating before drying deteriorates strongly the sugar constituents of maize. The alcohol-soluble carbohydrates increase and it is possible to detect degradation products of starch and raffinose by paper chromatography. The action pattern of alpha-amylolysis of maize heated in cells before drying remains essentially comparable to the control samples, and this independently of the temperature of ulterior drying.

The treatment by cooling ventilation before drying decreases the amount of carbohydrates and the susceptibility of starch to bacterial amylase.

In all samples stored before drying, alpha-amylase activity is more important than in the control samples, even after high-temperature drying ; this is attributed to the enzymes elaborated by micro-organisms.

ZUSAMMENFASSUNG

VERÄNDERUNG EINIGER KORNINHALTSSTOFFE VON MAIS BEI VERSCHIEDENEN LAGERUNGS UND TROCKNUNGSBEDINGUNGEN

Die Veränderungen gewisser Kohlenhydrate des Maises wurden nach Trocknung der Körner (80°C und 140°C) entweder direkt nach der Ernte oder nach einer Vorlagerung (Spontanerhitzung in Zellen oder Lagerung bei Ventilation durch abgekühlte Luft) untersucht. Darüber hinaus wurden die Empfindlichkeit der Stärke gegenüber bakterieller α-Amylase und die Amylaseaktivität der verschiedenen Proben bestimmt.

Die Trocknungstemperatur hat keinen bemerkenswerten Einfluss auf die in 80°GL Alkohol löslichen Zucker. Die Anfangsgeschwindigkeit der Amylolyse und die leicht hydrolysierbare Stärkefraktion hingegen nehmen beachtlich zu. Durch Trocknung bei 140°C wird die α-amylaseaktivität der Körner vollständig zerstört.

Die Spontanerhitzung in Zellen vor der Trocknung verändert die Kohlenhydrate des Maiskorns sehr stark. Die Menge an alkohollöslichen Zuckern steigt an und es werden Abbauprodukte von Stärke und Raffinose identifiziert. Der Verlauf der Amylolyse bleibt bei getrockneten Proben, unabhängig von der Trocknungstemperatur, dem des Vergleichsmusters ähnlich. Nur die leicht hydrolysierbare Stärkefraktion liegt etwas höher.

Durch Lagerung bei Ventilation durch abgekühlte Luft vor der Trocknung wird eine Abnahme der Zucker und der Empfindlichkeit von Stärke gegenüber Bakterienamylase verzeichnet.

Die α-Amylaseaktivität bei den Proben mit Vorlagerung ist höher als die vom Vergleichsmuster ; dieser Befund wird auf die Entwicklung von Mikro organismen zurückgeführt.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Ewers E., 1965. Determination of starch by extraction and dispersion with hydrochloric acid. *International Organization for Standardization* (ISO/TC 93/WGL).

Lagrandeur G., Tollier M.-T., Guilbot A., 1968. Évolution de certains constituants du grain de maïs en fonction de diverses conditions de stockage ou de séchage. *Ind. alim. agr.*, **85**, 837-842.

Montreuil J., Monsigny M., Leclercq-Ducastel G., Mercier Ch., Tollier M. T., Guilbot A., 1966. Influence des conditions de production, de récolte et de stockage sur la composition biochimique des céréales ; répercussions des variations sur la valeur nutritionnelle : II. Glucides. *Ann. Nutr. Alim.*, **20**, 165-175.

Perten H., 1966. A colorimetric method for the determination of α-amylase activity. *Cereal Chem.*, **43**, 336-342.

Poisson J., 1971. Évolution de la microflore du maïs-grain. *Ann. Zootech.*, **20**, 625-631.

Tollier M.-T., Guilbot A., 1971. Caractéristiques de la fraction glucidique des échantillons de maïs-grain. *Ann. Zootech.*, **20**, 634-640.

SECTION IV

- ASPECTS MICROBIOLOGIQUES.
- MICROBIOLOGICAL ASPECTS.
- MIKROBIOLOGISCHER AUBLICK.

Sous la présidence

de

M. GOLUMBIC (U. S. A.)

et Mme POISSON (France)

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (3), 435-447.

POTENTIAL MYCOTOXIN PROBLEMS IN HIGH MOISTURE GRAIN

C. GOLUMBIC

U. S. D. A., A. R. S.,
Hyattsville, Maryland 20782 (U. S. A.)

SUMMARY

Mycotoxins are an actual or potential problem in the conditioning and storage of grain in most climatic zones of the world. Although there is now more knowledge and information on the toxin-generating fungi than on the mycotoxins, the present discussion will emphasize the latter rather than mycology. From the point of view of food and feed safety, the effect of handling, conditioning, storage and marketing practices on mycotoxin development is a matter of paramount importance.

The research program developed by the United States Agricultural Research Service to deal with the problem of mycotoxins, particularly aflatoxins, will be described. Current research and recent findings of those aspects of the program relating to grain will be summarized. Topics to be covered include the postharvest development of mycotoxins in grain, studies dealing with prevention of toxin production, research on sampling, and screening tests for aflatoxin in corn, the fate of the aflatoxin in processing and milling, and its removal and deactivation.

Among the many fungal or mold species comprising the microflora of harvested grain, there are some species that elaborate secondary metabolites which are toxic and in a few instances carcinogenic to mammals. Mycotoxins is the usual designation given to these toxic chemicals. No climatic zone producing grain appears to be entirely free of the presence of fungi capable of producing mycotoxins. Mycotoxins that are known to have been isolated from grain are listed in table 1. Additional mycotoxins have been isolated when these and other fungi are grown in the laboratory on grain and other commodities or in nutrient solutions. Many isolates of these same fungal species do not produce mycotoxins. Hence moldy grain *per se* does not necessarily connote mycotoxin contaminated grain. Heading the list of mycotoxins in table 1 is aflatoxin produced by the molds *Aspergillus flavus* and *A. parasiticus*. Most current research and publications on mycotoxins are concerned with this toxin and my account here will be no different.

This intensive research activity on aflatoxin reflects renewed concern over the very old problem of mycotoxins. To deal with this problem, the Agricultural Research Service of the United States Department of Agriculture initiated nearly 10 years ago a research program of broad scope in which six major problem areas were recognized (IRVING, 1970). These are :

1. conditions that cause mycotoxins to develop ;
2. faster and more accurate methods of detecting the presence of toxins ;
3. methods of removing toxins from contaminated products ;
4. surveys to determine the incidence of mycotoxins ;
5. animal feeding tests to determine the effect of mycotoxins on various species ;
6. isolation and characterization of new mycotoxins in our food and feed products.

TABLE I

Mycotoxins isolated from grains

Mycotoxin	Mycotoxin-producing fungi	Reference
Aflatoxin	*Aspergillus flavus, A. parasicitus*	[1], [2], [3], [4]
Ergot alkaloid	*Claviceps*, spp.	[5]
Ochratoxin A	*A. ohrraceus, Penicillium viridicatum*	[6], [7]
Sterigmatocystin	*A. versicolor, A. nidulans, Biopolaris*, spp.	[8]
Citrinin	*P. viridicatum*	[7]

[1] SHOTWELL *et al.*, 1969 *a* ; [2] SHOTWELL *et al.*, 1970 ; [3] SHOTWELL *et al.*, 1971 ; [4] WATSON and YAHL, 1971 ; [5] DETLEF GROGER, 1972 ; [6] SHOTWELL *et al.*, 1969 *b* ; [7] SCOTT *et al.*, 1970 ; [8] SCOTT *et al.*, 1972 (in press).

My lecture today will be concerned with the first three problem areas as they relate principally to the aflatoxin problem in grain. Specifically, I shall discuss the subject under the topic headings of inception of aflatoxin development, prevention and control, sampling and analysis, and, finally, decontamination procedure.

INCEPTION OF AFLATOXIN DEVELOPMENT

We are not aware of any clear-cut proof of aflatoxin development in grain prior to harvest but this possibility is currently under investigation. The organisms producing aflatoxin belong to the class of ubiquitous storage fungi which generally infest grain after harvest. Spores of the toxigenic strains of *A. flavus* have been

found to contain aflatoxin (HESSELTINE *et al.*, 1966). The concentration of aflatoxin in dry grain from this source is vanishingly small, but in moist grain growth of the organism if unchecked can produce high levels of aflatoxin. It takes about 48 hours under optimum conditions in the laboratory to produce aflatoxin ; within 5 days, levels can be extremely high. A temperature of 20-25°C and moisture content of 18-19 p. 100 appear to be optimal for generation of aflatoxin in corn (TRENK and HARTMAN, 1968 ; VAN WARMELO *et al.*, 1968). Aflatoxin production in rice was observed from 11° to 37°C with the optimum range between 28° and 32°C (SORENSON *et al.*, 1967).

In view of this sensitivity to temperature, it is not surprising that ambient conditions after harvest have a marked effect on the potential for aflatoxin development in grain. Delays in removal of field heat either by aeration, drying, or both increase the mycotoxin hazard. This is apparent from the results presented in table 2 of a study conducted at our Grain Marketing Research Center, Manhattan, Kansas (SAUER, 1972). The corn was field shelled at 21-22 p. 100 moisture content at 85-90°F. It is evident that even short delays in cooling of high moisture corn allow considerable growth of *A. flavus* and other molds. The different quantitative results between the two crops years can probably be attributed to higher mechanical damage and higher inoculum of storage fungi, especially *A. flavus*, observed in the 1970 corn as it came off the field.

TABLE 2

Mold development in high moisture corn

	p. 100 of kernels invaded after 1 week			
	1970		1971	
	A. flavus	*A. niger*	*A. flavus*	*A. niger*
Cooled immediately	< 1	< 1	< 1	< 1
Cooling delayed 20 hrs	50	28	6	6
Cooling delayed 40 hrs	87	53	25	23

Initial condition :

1970 : *A. flavus* 13/800 seeds, *A. niger* 3/800 seeds ; mech. damage 19.4 p. 100.

1971 : *A. flavus* 0/800 seeds, *A. niger* 2/800 seeds ; mech. damage 13.7 p. 100.

In these tests, the experimental lots were subjected to refrigerated aeration at 0.5 c.f.m. per bushel in order to lower entire bin contents to 35-40° F within 2 days. Delayed cooling in both bins in both years resulted in at least trace amounts of aflatoxin, generally in the upper parts of the bins where cooling occurred last. Most samples assayed less than 10 p.p.b, although replications of the same samples tested higher.

In a warm climate, aeration can reduce but will not avoid the mycotoxin hazard. This is evident from the results of an aeration and storage study in south Texas (SCHROEDER and CALDERWOOD, 1968). Undried rough rice was stored in aerated bins for periods of 19 to 21 days under conditions of varying air flow rates, moisture content and ambient air temperatures. The results presented in table 3 show that relatively large quantities of aflatoxins developed when rice of high moisture content (24 to 26 p. 100) was stored during warm weather (august and september) but only small amounts developed during cold weather (october). The high moisture rice was aerated at 1 c.f.m. per barrel in these tests. In another series of tests, it

TABLE 3

Effect of ambient air temperature and time in storage on fungus infection and aflatoxin contamination in aerated rough rice

Time of year and storage period	Rice moisture content (wet basis) (%)	Temperatures		Kernels infected by *A. flavus* (1) (%)	Aflatoxin assay (1) (p.p.b.)
		Rice (°F)	Ambient air (daily average) (°F)		
Aug. 5 to 25					
0 (2)	25.2	85	82	ND	ND
2 days	24.2	91	82	8	ND
5 days	22.2	83	81	45	19
8 days	22.5	89	82	82	496
11 days	20.1	90	83	74	343
14 days	19.4	81	82	68	686
17 days	19.8	92	82	87	743
20 days	18.8	75	81	45	686
Sept. 7 to 28					
0 (2)	23.0	88	80	ND	ND
3 days	22.0	82	77	55	*
6 days	21.0	84	76	95	28
9 days	20.6	87	76	38	123
12 days	20.4	83	76	41	211
15 days	19.9	70	75	29	106
18 days	19.8	76	75	18	106
21 days	18.6	78	75	36	106
Oct. 5 to 26					
0 (2)	24.6	81	64	ND	ND
3 days	24.3	65	66	7	ND
6 days	23.1	88	70	74	ND
9 days	22.8	89	72	82	ND
12 days	21.6	63	69	87	ND
15 days	21.0	57	66	93	*
18 days	21.2	68	66	82	*
21 days	20.8	60	65	86	*

(1) ND : Nondetectable.
(2) Immediately after rice was stored.
* Trace only.

was observed (tabl. 4) that increased aflatoxin development in high moisture rice was associated with the use of a low air flow rate (0.5 c.f.m. per barrel) during aeration. These tests were conducted during a warm month and air flow rates of 0.5-1.0 and 2.0 c.f.m. were used.

TABLE 4

Effect of aeration rate and time in storage on fungus infection and aflatoxin contamination in rough rice

Airflow rate per barrel and storage period	Rice moisture content (wet basis) (%)	Temperatures		Kernels infected by *A. flavus* (1) (%)	Aflatoxin assay (1) (p.p.b.)
		Rice (°F)	Ambient air (daily average) (°F)		
0,5 c.f.m.					
0 (2)	22.2	95	82	8	ND
2 days	21.5	95	84	4	38
5 days	21.1	85	83	0	10
8 days	20.4	84	84	28	133
11 days	19.8	87	80	29	233
14 days	18.5	82	78	43	342
17 days	18.7	85	83	25	629
20 days	18.3	86	84	32	857
1 c.f.m.					
0 (2)	22.2	94	82	8	ND
3 days	21.0	78	84	1	ND
6 days	20.9	80	80	9	10
9 days	20.1	80	84	2	4
12 days	19.7	78	80	2	17
15 days	19.1	76	82	45	58
18 days	18.6	82	82	41	15
21 days	18.6	79	85	26	23
2 c.f.m.					
0 (2)	22.0	95	82	ND	ND
2 days	20.9	81	84	5	*
5 days	20.9	76	83	10	*
8 days	20.4	76	83	1	*
11 days	20.1	76	84	4	*
14 days	19.4	74	80	13	*
17 days	19.2	79	84	6	6
20 days	18.9	79	82	35	30

(1) ND = Non detectable.
(2) Immediately after rice was stored.
* Trace only.

A somewhat similar study on corn was reported from the state of Indiana (TUITE *et al.*, 1970) where ambient temperature conditions after harvest are much lower than in Texas. The corn, field shelled at 18 to 22 p. 100 moisture content, was stored in insulated bins under continuous or intermittent aeration usually at

0.5 c.f.m. with temperature of corn maintained between 30-50° F. The storage period extended from harvest to early summer. Continuously aerated corn at about 22.5 p. 100 moisture molded rapidly but corn at 21.5 p. 100 was stored satisfactorily although some incipient mold growth occurred. At lower moistures (18.5-19.5 p. 100) the corn was essentially free of storage molds. Aflatoxin apparently was not a problem in this type of operation because only *A. glaucus* was reported in the accompanying microbiological examination. *Penicillium* spp. predominated in the grain that had molded, underscoring the importance of these species in the deterioration of aerated moist corn. Species of this genus can grow at temperatures near freezing, under a wide range of moisture conditions. Since several *Penicillium* species can produce mycotoxins (CIEGLER *et al.*, 1972), it is important to prevent their growth, particularly as they may grow inside the majority of the kernels without affecting grade and fat acidity substantially and with no indication of heating.

In those locations in the temperature zone where ambient postharvest temperatures would tend to minimize the aflatoxin problem, the potential hazard from heating caused by improper storage and moisture migration should not be overlooked. WALLACE and SINHA (1962) studied the fungi associated with hot spots in farm stored grain. The heated grain was infected mainly by storage fungi, principally *Penicillium* spp., *Aspergillus* spp., particularly *A. flavus, A. fumigatus,* and *A. versicolor*. No mycotoxin studies appear to have accompanied these mycological investigations, but we know that each of these species has toxigenic strains. Competition among fungi may be a factor under these conditions and may well reduce elaboration of aflatoxin by *A. flavus*. HUNTER (1969) found that aflatoxin contents average 24 to 117 times higher on sterile corn compared to non-sterile corn.

TABLE 5

Relative toxigenicity of A. flavus *isolates from four field crops*

Source	Isolates tested (n°)	Isolates producing aflatoxin (%)	Maximum yield (1) of aflatoxin B_1 (µg/flask)
Peanut	100	98	3 300
Cottonseed	59	81	3 200
Rice	127	20	1 100
Sorghum	63	24	3 300

(1) Yield is based on tests on four substrates consisting of 3 g of ground peanut, cottonseed, rice and sorghum, respectively, suspended in 50 ml of water in 250 ml erlenmyer flasks. Yields are rounded to two significant numbers. Incubation time 7 days ; temperature 25°C.

There is evidence that the potential hazard of mycotoxin development differs among field crops. Dr. H. W. SCHROEDER (1972), of one of our Texas laboratories, tested randomly selected isolates of the *A. flavus* group obtained from grain sorghum,

rice, cottonseed and peanuts for their ability to produce aflatoxin. The results presented in table 5 show that of the isolates from peanuts, 98 p. 100 produced aflatoxin, compared to only 20 p. 100 of the rice isolates and 24 p. 100 of the sorghum isolates.

The four crops listed were also compared as substrates for the toxigenic isolates from each crop. Table 6 presents the results showing that most strains of *A. flavus* were able to produce aflatoxin at the highest rate on peanuts as compared to sorghum, rice or cottonseed.

TABLE 6

Comparison of four field crops as substrates for aflatoxin production

Source (Crop)	Aflatoxin B_1 (1) produced on			
	Peanut µg/flask	Cottonseed µg/flask	Rice µg/flask	Sorghum µg/flask
Peanut	1 100	210	570	370
Cottonseed	700	160	360	260
Rice	18	3	12	5
Sorghum	160	29	91	63

(1) Given as the average production/isolate tested. Yields are rounded to two significant numbers. Substrates consisted of 3 g of the respective ground seed in 50 ml of water per flask. Incubation time 7 days ; temperature 25°C.

PREVENTION AND CONTROL

The most obvious method for preventing mycotoxin contamination in grain caused by storage fungi is to dry the commodity to a safe moisture level promptly after harvest. The procedures and equipment for accomplishing this objective and for maintaining an optimum moisture content are well known. Current operating practices may be entirely safe but results cited here emphasize that more microbiological tests and micotoxin analysis are needed in the evaluation of grain. In particular, recommendations for good handling practices should be under continued scrutiny as new scientific information becomes available.

Under conditions where prompt drying of grain is not feasible, the application of mixtures of acetic and propionic acids as a fungal retardant has been receiving considerable attention. Our own studies confirm the effectiveness of this treatment. The parameters of the treatment including its advantages, attendant problems and economic factors have been reported in the considerable literature on the subject and need not be repeated here.

High moisture grain for use as a feed can also be preserved by ensiling. However, if corn is contaminated with aflatoxin, it is not detoxified by ensiling. Studies on moldy corn showed that the lactic acid fermentation which occurred produced insufficient acid to detoxify the aflatoxin (Lindenfelser and Ciegler, 1970).

SAMPLING AND ANALYSIS

To determine the efficacy of any mycotoxin control procedure and to prevent mycotoxin contaminated grain from entering the marketing system, sensitive methods for sampling, detection and analysis of mycotoxins are needed.

The extremely minute quantities that must be detected and measured and the variability inherent in aflatoxin distribution pose formidable problems in sampling and analysis. Consider first the variability in sampling. The data of table 7 show the distribution of aflatoxin in a contaminated lot of corn. Samples were analyzed from different levels and different quadrants of the bin in which the corn was stored. The range in aflatoxin content is 0-376 p.p.b. with a general mean of 20.6 p.p.b. total aflatoxin and standard error of 7.7. These results are taken from an intensive sampling study of contaminated lots of corn in which it was found that the negative binomial equation appeared to describe best the distribution of aflatoxin in the bin lots (JOHNSON *et al.*, 1969). This is the situation to be expected if the aflatoxin contamination is confined to relatively few kernels.

TABLE 7

Aflatoxin content (p.p.b.) *of corn bin*

Level	Quadrant and subsample												Level Mean
	1			2			3			4			
	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	
1	23	39	58	2	1	1	11	97	29	77	39	44	35.1
2	2	0	0	0	0	1	78	376	66	0	0	1	43.7
3	1	1	4	0	16	1	2	1	58	0	0	0	7.0
4	3	4	39	0	0	1	0	0	0	1	1	1	4.2
5	4	7	39	6	116	19	2	0	0	0	0	0	16.1
6	0	21	0	0	0	1	10	179	1	0	0	0	17.7
Mean ($\bar{x}$)	13.6			9.2			50.6			9.1			20.6
Std. error ($\overline{sx}$) : ±	4.3			± 6.4			± 22.3			± 5.1			± 7.7

Because the mean level of aflatoxin in lots of contaminated grain cannot be determined exactly by taking samples from the lot, a certain number of good lots may be rejected as being bad and a certain number of bad lots may be accepted as good. This might be termed processor risk and consumer risk, respectively. Therefore, for a given sampling plan, there is a certain probability, P (M), that a lot with a given mean level M will be accepted or rejected. A plot of P (M) versus M is called an operating characteristic (O-C) curve. The O-C curve along with the prior distribution of all lot means gives the risk levels associated with a given sampling plan.

This approach to the sampling problem is currently under investigation with the objective of developing a practical sampling plan for inspection of grain for aflatoxin. It has already been successfully applied in official inspection and grading of peanuts.

We recognize the need for aflatoxin detection and estimation at three levels of sophistication :

1. quick screening tests ;
2. semi-quantitative methods ;
3. official standard methods.

Currently we are investigating three methods that may fill these needs. These are :

1. fluorescence test ;
2. millicolumn method ;
3. A. O. A. C. (American Association of Analytical Chemists) method.

Fluorescence test

Aflatoxin in a naturally contaminated corn seems to be confined to those pieces of kernels which have a greenish-gold fluorescence under 365 nm ultraviolet light (SHOTWELL *et al.*, 1972). These glowing particles are also observed when « suspect » kernels having areas of dull gold color in the germ area are split open. The substance responsible for fluorescence is probably an oxidation product of kojic acid produced concurrently with aflatoxin by *A. flavus*. The organism is invariably isolated from the glowing particle. A similar fluorescence was first observed in cottonseed.

TABLE 8

Aflatoxin B_1 (p.p.b.) *in damaged kernels and large pieces of corn with greenish gold fluorescence*

Original corn sample		B_1 in kernels and pieces
U. S. grade	B_1 content	
1	0.7	88,500
2	47.0	5,320
3	25-18-15	2,080 ; 1,060 ; 8,090
4	16-26	284 ; 285
Sample grade	8.0	101,000

The data of table 8 illustrate the wide range of aflatoxin content that has been found in these damaged kernels and pieces (284-101,000 p.p.b. aflatoxin B_1). The kernel containing the 101,000 p.p.b. B_1 would account for 8 p.p.b. B_1 in 1 kg corn if no other aflatoxin containing kernel were present.

Millicolumn method

The method involves a rapid blender extraction of the sample with aqueous acetonitrile, treatment with lead acetate to remove interfering pigments, followed by phasic transfer to benzene (SHOTWELL and STUBBLEFIELD, 1972). A millicolumn (4 mm I. D.) filled with zones of acidic alumina and dry silica gel is dipped into the benzene extract and the column developed for 5 minutes in a chloroform acetonitrile : 2-propanol solvent. When observed under ultraviolet light, the presence of aflatoxin is indicated by a fluorescent blue band in the silica gel. The procedure takes about 30 minutes on individual samples and 15 minutes on a continuous basis. It has a sensitivity limit of 10 p.p.b.

A. O. A. C. method

In this method, the concentration of aflatoxin is determined by thin layer chromatography of extracts of the commodities. The ground sample is extracted with chloroform-water and the extract, dried if necessary, is taken up in benzene-acetonitrile. The sample extract is spotted on the silica gel thin-layer plate along with aflatoxin standards and both are developed with acetone-chloroform. The developed spots are estimated usually by densitometric analysis. The full determination takes about two hours (*Official Book of Methods*, A. O. A. C., 1970).

DECONTAMINATION PROCEDURES

Physical separation methods

Although aflatoxin appears to be associated with broken kernels and foreign matter (B. C. F. M.) in corn, the separation of B. C. F. M. as performed in the official grading procedure of the United States does not consistently concentrate the aflatoxin contamination. Other physical separation methods including a simple milling separator, grain scourer, impact mill and grain washer also were not promising (BREKKE, 1972).

Chemical methods

Treatment of aflatoxin contaminated corn with ammonia gas at 46 p.s.i.g. and 180°F for 2-1/4 hours or at atmospheric pressure and room temperature for about a week gives promise of successful decontamination (LANCASTER, 1972). In exploratory tests, the aflatoxin B_1 content of one sample was reduced from 450 to 12 p.p.b. by the atmospheric treatment and to a non-detectable level by the pressure treatment. The atmospheric treatment opens up the possibility of treating grain during storage although facilities that are at least moderately resistant to attack by ammonia may be needed. Mycological examination of the treated corn shows that the treatment eliminated fungi and destroyed germination.

Distribution of aflatoxin in dry and milled products

The data given in table 9 show the results on one dry-milling test made with corn contaminated with 500 p.p.b. aflatoxin B_1 (BREKKE, 1972). The prime product mix of grits, low fat meal, and flour amounting to a 60 p. 100 yield contained 9 p. 100 of the total B_1 found in the products. The aflatoxin B_1 levels ranged from a low of 50 p.p.b. in the grits to a high of 1 500 p.p.b. in the germ fraction. Almost 50 p. 100 of the aflatoxin B_1 was accounted for in the germ fraction and 75-91 p. 100 in the fractions that comprise hominy feed.

TABLE 9

Aflatoxin in dry milled corn fractions

Fraction	UV Count	Aflatoxin B_1		Product total
	No. /10 sq. in.	p.p.b.	p. 100 of product total	
Corn		510		
Grits	10	50	6	48
Low-fat meal	34	82	2	9
Low-fat flour	124	150	1	3
High-fat meal and flour	43	640	18	11
Hull fraction	0	380	5	6
Bran meal	5	640	12	8
Germ fraction	7	1 500	48	13
Degermer fines	124	1 200	8	3

With respect to wet milling tests on contaminated corn, there is a report in the literature (YAHL *et al.*, 1791) which states that only 1 p. 100 of the aflatoxin present in the corn appeared in the starch fraction (54-61 p. 100 yield). Over 80 p. 100 was found in the gluten feed and the remainder in the gluten fraction.

To summarize this discussion on mycotoxins, our state of knowledge is sufficient to indicate that mycotoxins are an ever present potential problem in handling of grain, particularly high moisture grain. Safeguards must be introduced into our cultural, harvesting, handling and marketing practices to minimize the occurrence of these toxins. Despite best efforts on the part of farmers and grain handlers, total prevention of the appearance of contaminated lots of grain in the marketing system is unlikely at present. Hence there is continuing need for better sampling and analytical methods for detecting and estimating contamination, for information as to the fate of toxins in processing, and for safe methods of detoxification.

RÉSUMÉ

PROBLÈME DES MYCOTOXINES DANS LES GRAINS A HAUTE HUMIDITÉ

La formation de mycotoxines dans les grains, au cours du conditionnement et du stockage, constitue un problème effectif ou potentiel dans la plupart des zones climatiques du monde.

Bien que l'on ait actuellement davantage d'informations concernant les moisissures toxi-

nogènes que sur les mycotoxines produites, cet exposé se propose d'aborder l'aspect mycotoxines plutôt que mycologique du problème.

Sur le plan de la qualité sanitaire des produits destinés à l'alimentation animale et humaine, les conséquences que peuvent avoir les manutentions, le conditionnement, le stockage et les pratiques commerciales sur le développement des mycotoxines dans les grains constituent un problème majeur.

Le programme de recherche du Service de la Recherche Agronomique des États Unis concernant le problème des mycotoxines et en particulier des aflatoxines est présenté ici, ainsi qu'un résumé des recherches en cours et des résultats déjà obtenus.

Les points abordés concernent le développement de mycotoxines dans les grains, après la récolte, les essais réalisés visant à prévenir la production de ces mycotoxines, l'étude du problème de l'échantillonnage, les tests de recherche de l'aflatoxine dans le maïs, l'évolution de la teneur en aflatoxine au cours des traitements et de la mouture ainsi que les essais de détoxification.

ZUSAMMENFASSUNG

POTENTIELLE PROBLEME DURCH MYCOTOXINE BEI GETREIDE MIT HOHEM FEUCHTIGKEITGEHALT

Mycotoxine stellen ein aktuelles oder potentielles Problem während der Konditionierung und Lagerung in den meisten Gebieten der Welt dar. Obwohl heutzutage mehr Erkenntnisse, und Informationen über die toxin-bildenden Fungi als über die Mycotoxine selbst existieren wird das Schwergewicht dieser Diskussion eher auf dem letzten Thema und nicht auf Mycologie liegen. Der Einfluss von Handhabung, Konditionierung, Lagerung und Vermarktung auf die Mycotoxinbildung ist für die Qualität von Nahrungs — und Futtermitteln von ausserordentlicher Bedeutung. Es wird das vom landwirtschaftlichen Forschungsinstitut der Vereinigten Staaten aufgestellte Program zum Studium der Mycotoxine und insbesondere Aflatoxin beschrieben.

Laufende Forschungsarbeiten und jungere Erkenntnisse in bezug auf Getreide werden zusammengefasst. Weitere Diskussionsthemen sind : Mycotoxinbildung nach der Ernte, Untersuchungen zur Verhütung der Toxinbildung, Musternahme, Tests zur Aflatoxinbestimmung in Maïs, Verhalten von Aflatoxin während der Getreideverarbeitung und Vermahlung, seine Entfernung und Inaktivierung.

REFERENCES

Brekke O., L., 1972. *Physical separation studies on aflatoxin-contaminated corn-distribution of aflatoxin in milled products.* 13th Annual Corn Dry Milling Conference, ARS, U. S. Department of Agriculture Report, june 14-15.

Ciegler A., Mintzlaff J., Fennell D. I., Leistner L., 1972. Ochratoxin synthesis by *Penicillium* species. *Naturwissenschaften* (In press).

Detlef Groger E., 1972. In *Microbial Toxins*, 321-373, Academic Press, New York and London.

Hesseltine C. W., Sorenson W. G., Smith M., 1970. Taxonomic studies of the aflatoxin-producing strains in the *Aspergillus flavus* group. *Mycologia*, **62**, 123-132.

Hesseltine C. W., Shotwell O. L., Ellis J. J., Stubblefield R. D., 1966. Aflatoxin formation by *Aspergillus flavus*. *Bact. Rev.*, **30**, 795-805.

Hunter J. H., 1969. *Growth and aflatoxin production in shelled corn by the* Aspergillus flavus *group as related to relative humidity and temperature.* Thesis, Purdue University, Lafayette, Indiana.

Irving G. W. Jr., 1970. Perspectives on the mycotoxin problem in the United States. *Proc. Ist U. S.-Japan Conference toxic Microorganisms*, Honolulu, Hawaii, 1968, 8-12. U. S. Department of Interior and U. J. N. R. Panels on Microorganisms, Washington, D. C.

Johnson R. M., Greenaway W. T., Golumbic C., 1969. Sampling stored corn for aflatoxin assay. *Cereal Sci. Today*, **14**, 25-29.

Lancaster E. R., 1972. *Chemical detoxification of aflatoxin-contaminated corn; distribution of aflatoxin in milled products.* 13th Annual Corn dry Milling Conference, ARS, U. S. Department of Agriculture Report, june 14-15.

Lindenfelser L. A., Ciegler A., 1970. Studies on aflatoxin detoxification in shelled corn by ensiling. *J. agric. Food Chem.*, **18**, 640-643.

Official book of methods, 1970. *Association of official analytical Chemists*, 26, 426-432, 11th Edition, Washington, D. C.

Sauer D. B., 1972. (Private communication).

Schroeder H. W., 1972. (Private communication).

Schroeder H. W., Calderwood D. L., 1968. Aflatoxin development and grade of undried rough rice following prolonged storage in aerated bins. U. S. D. A., ARS, 52-26, 32 p.

Scott P. M., Van Walbeek W., Kennedy B., Anyeti D., 1972. Mycotoxin, citrinin, sterigmatocystin and toxigenic fungi in grains and other agricultural products. *J. agric. Food Chem.* (in press).

Scott P. M., Van Walbeek W., Harwig J., Fennell D. I., 1970. Occurrence of a mycotoxin, ochratoxin A, in wheat and isolation of ochratoxin A and citrinin producing strains of *Penicillium viridicatum*. *Can. J. Plant Sci.*, **50**, 583-585.

Shotwell O. L., Stubblefield R. D., 1972. *Collaborative study on screening methods for aflatoxin in corn.* Presented at AOAC, Washington, D. C., october 9-12.

Shotwell L. L., Goulden M. L., Hesseltine C. W., 1972. Aflatoxin contamination : association with foreign matter and characteristic fluorescence in damaged corn kernels. *Cereal Chem.*, **49**, 458-466.

Shotwell O. L., Hesseltine C. W., Vandegraft E. E., Goulden M. L. 1971. Survey of corn from different regions for aflatoxin, ochratoxin and zearalenone. *Cereal Sci. Today*, **16**, 266-273.

Shotwell O. L., Hesseltine C. W., Goulden M. L., Vandegraft E. E., 1970. Survey of corn for aflatoxin, zearalenone and ochratoxin. *Cereal Chem.*, **47**, 700-707.

Shotwell O. L., Hesseltine C. W., Burneister H. R., Kwolek W. F., Shannon G. M., Hall H. H., 1969 *a*. Survey of cereal grains and soybeans for the presence of aflatoxin. II. Corn and soybeans. *Cereal Chem.*, **46**, 454-463.

Shotwell O. L., Hesseltine C. W., Goulden M. L., 1969 *b*. Note on the natural occurence of ochratoxin. *J. A. O. A. C.*, **52**, 81-83.

Sorenson W. G., Hesseltine C. W., Shotwell O. L., 1967. Effect of temperature on production of aflatoxin on rice by *Aspergillus flavus*. *Mycopathol. Mycol. appl.*, **33**, 49.

Trenk H. L., Hartman P. A., 1968. Aflatoxin in stored corn. *Bacteriol. Proc.*, 2.

Tuite J., Foster G. H., Thompson R. A., 1970. *Moisture limits for storage of corn aerated with natural and refrigerated air.* Presented annual Meeting, Amer. Soc. Agr. Engr., Minneapolis, Minnesota.

Van Warmelo K. T., Van der Westhuizen G. C. A., Minne J. A., 1968. The production of aflatoxins in naturally effected high quality maize. *Repub. S. Africa, Dept. Agr. Tech. Serv. Tech. Commun.*, 71.

Wallace H. A. H., Sinha R. N., 1962. Fungi associated with hot spots in farm stored grains. *Can. J. Plant Sci.*, **42**, 130-141.

Watson S. A., Yahl K. R., 1971. Survey of aflatoxin in commercial supplies of corn and grain sorghum used for wet milling. *Cereal Sci. Today*, **16**, 153-163.

Yahl K. R., Watson S. A., Smith R. J., Barabolok R., 1971. Laboratory wet milling of corn containing high levels of aflatoxin and a survey of commercial wet milling products. *Cereal Chem.*, **48**, 385-391.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (3), 449-476.

THE EFFECT OF MICROFLORA ON THE FORMATION OF ODORS IN GRAIN DURING STORAGE

S. STAWICKI, E. KAMINSKI, A. NIEWIAROWICZ, M. TROJAN and E. WASOWICZ

Agricultural University of Poznan,
Department of Food Science and Technology,
Mazowiecka str. 48,
Poznan (Pologne)

SUMMARY

In the paper, the results are presented of the first stage of an extensive study aimed at the elucidation of the part played by microflora in the formation of odors in cereal grain. The experiments were effected with wheat grain, rye, barley, oats, corn, soybean, rapeseed and components of wheat grain, namely gluten, starch and oil. As far as the formation of odors is concerned in grain subjected to longterm storage under various conditions, the experiments were limited only to soft wheat grain grown in Poland (*Triticum vulgare*). In the study, particular attention was paid to the rate of penetration of the inner parts of grain by individual groups of micro-organisms and qualitative differentiation of microflora depending on the conditions of storage applied.

Then the characterization was done of odors produced by 26 strains of molds and 14 strains of bacteria which were found predominant under definite storage conditions. The odors produced by these micro-organisms were estimated organoleptically using the cultures grown on coarse meals of the cereals studied. The chemical character of these odors was studied by physico-chemical methods.

The odors produced by the molds and bacteria studied on different cereal grains and grain components were characterized and the effect was established of individual groups of micro-organisms on the formation of some odors in stored grain.

INTRODUCTION

The extensive literature on grain microflora gives a good ground for the conclusion that the majority of undesirable changes observed in cereals grain are associated with the development of micro-organisms. The opinion is also becoming more and more popular that microflora can serve as an important index in the evaluation of both the quality and the storage life of cereal grains. The micro-organisms have been

stated responsible for the development of foreign odors in cereal grain, this fact being of essential importance as far as the question of storage is concerned.

There are many different micro-organisms that have been found capable of producing volatile substances. GERBER and LECHEVALIER (1965) isolated from Actinomycetes a substance yielding an earthy odor, which they called geosmin. As shown in further studies, geosmin is *trans*-1-10-dimethyl-*trans*-9-decalol and its occurrence has been stated in 20 Actinomycetes strains (GERBER, 1967, 1968). As shown by the same author (GERBER, 1969, 1971, 1972), four of the strains examined produced mainly 2-methylisoborneol yielding mentho-camphoric odor and two strains sesquiterpen alcohols showing a queasy odor.

As stated by DOUGHERTY, CAMBELL and MORRIS (1966), some strains of the gena *Micromonospora* and *Streptomyces* produce a compound called mucidone ($C_{12}H_{18}O_2$) yielding musty odor.

As shown by DENNIS and WEBSTER (1971), COLLINS and HALIM (1972), the strains of the genus *Trichoderma* are capable of producing volatile compounds yielding a characteristic coconut odor.

The fact should be stressed that in most cases the synthetic pathways through which micro-organisms produce odor substances have not been elucidated. However, it seems quite probable that many of them result from metabolic reactions and their formation requires definite medium conditions.

There is relatively much information available concerning the synthesis of methyl ketones by molds. The compounds are produced from lower fatty acids through beta-oxidation process and many strains of the following gena can produce them : *Rhizopus, Aspergillus, Penicillium, Neurospora, Botritis* and *Cladosporium* (FRANKE and HEISSEN, 1958 ; GEHRIK and KNIGHT, 1961 ; KUBECZKA, 1968). In older cultures, the methyl ketones undergo further metabolic changes (FRANKE, MATZECK and EICHHORN, 1962 ; SPECHER, 1964).

Some molds, especially those of the gena *Aspergillus* and *Penicillium*, can produce carbonyl compounds (SMITH and ALFORD, 1968 ; HANSEN and KEENEY, 1970).

HUTCHINSON (1971) describes in his monograph the biological activities of the metabolic products of several molds. These were highly volatile and simple compounds, such as hydrogen sulfide, ammonia, hydrogen cyanide, ethylene, acetaldehyde, ethyl alcohol, ethyl acetate and the like. Some of the compounds produced by *Rhizopus stolifer* and *Fusarium oxysporum* were found to exert an inhibitory effect on the germination of mold spores (ROBINSON and PARK, 1966).

There is sufficient evidence that also bacteria can contribute to the formation of odor substances in foods and foodstuffs. It has been established besides that many of these substances as chemically as organoleptically resemble those produced by molds (PETERSON and GUNDERSON, 1960 ; MANN, 1966 ; DALTON and STRONG, 1967 ; REDD *et al.*, 1968 ; SHELDON *et al.*, 1971 ; KAMINSKI and STAWICKI, 1972).

Relatively little research has been done to elucidate the role of micro-organisms in the formation of odor substances in cereals. Here we would like to present the results of one of the studies carried out on the subject. The authors followed the biochemical changes occurring in the grain showing malty, musty and musty-putrid odors. As compared with a good and sound grain, the sample exhibiting musty odor was stated to have increased total and fat acidities, an increased amylolytic activity and gluten of lower quality. The grain was also high in aldehydes, amines and contai-

ned ammonia and hydrogen sulfide. In the sound grain, malty odor was predominant (KRETOVITCH and PROCHOROWA, 1960). Although the authors presented no data on the behaviour of microflora, the development of the latter were most probably the main cause of the biochemical changes observed.

In the present paper, we would like to present the results of the first part of the study on the contribution of microflora to the development of volatile odor substances in cereal grain.

MATERIALS AND METHODS

The effect of microflora on the development of odors in cereal grain stored under different conditions was studied using the polish soft wheat *Triticum vulgare*. In the study, particular attention was paid to the rate of penetration of the inner sections of the grain by exterior microflora. To this end, the study was carried out on samples of wheat showing high qualitative differences in the exterior microflora and free of the interior one. Detailed caracteristics of the exterior microflora that occurred in the samples used are presented in tables 1 and 2.

The grain was stored at the temperatures 4, 10 and 20°C and relative humidities 65, 75 and 85 p. 100. The rate of penetration of microflora inside the grain was followed for 2 years. The following methods were used to determine the exterior and interior contamination.

A. — *Examination of the exterior microflora*

To 10 g of wheat, weighed in a 750 ml erlenmayer flask, 90 ml of sterile physiological saline were added. The sample was shaken for 30 minutes on a rotary shaker (240 r.p.m.). From the resulting spore suspension, decimal dilutions were prepared and quantitative inoculation was effected by the standard Koch method using the medium of the following composition :

brewers' wort, 6 per cent dry weight	1 000 ml
NaCl.....	7.5 p. 100
agar	2 p. 100
pH	6.2

B. — *Examination of the interior microflora*

The examination was effected using the same samples as in the examination of the exterior microflora. To this end, the remaining suspension was thoroughly removed and the grain was shaken for 5 minutes in 0.01 p. 100 $HgCl_2$. Then, the $HgCl_2$ solution was decanted, the grain was washed twice with physiological saline and homogenized in 90 ml of 0.85 p. 100 NaCl for 3 minutes in a waring blendor at 10.000 r.p.m. In this way, the initial suspension of the dilution 1/10 was obtained. The inoculations were done by the standard Koch method using the brewer's wort medium of the composition as above. The molds were grown at 26-28°C, for 120 hours, their development on Petri dishes being checked each 24 hours. Each

TABLE I

Quantitative characteristics of the surface infection of experimental wheat grain.

Wheat grain	Molds				Bacteria					
						Nonsporing		Sporing		
	On surface of 1 g grain	Phycomycetes p. 100	Ascomycetes p. 100	Fungi imperfecti p. 100	On surface of 1 g grain	Total p. 100	Yellow bacteria p. 100	Total p. 100	*subtilis* group p. 100	*megaterium cereus* group p. 100
Triticum vulgaris (SOFT)	26 000	12	63	25	130 000	85	91	15	70	30

TABLE 2

Qualitative characteristics of surface microflora of experimental wheat grain.

Molds			Bacteria		
				Sporing	
Phycomycetes	Ascomycetes	Fungi imperfecti	Nonsporing	*subtilis* group	*megaterium cereus*
	A. amstelodami	*Alternaria*	*Pseudomonas trifolii*	*B. coagulans*	*B. cereus*
	A. awamori	*Botritis*	*Flavobacterium*	*B. polymyxa*	*B. megaterium*
	A. candidus	*Cephalosporium*	*Escherichia coli*	*B. pumilus*	
	A. flavus	*Cladosporium*	*Micrococcus flavus*	*B. subtilis*	
	A. fumigatus	*Fumago*	*Sarcina lutea*		
	A. nidulans	*Geotrichium*	*Sarcina flava*		
	A. niger	*Pullularia*			
	A. ochraceus		*Nocardia*		
	A. oryzae		*Streptomyces*		
	A. parasiticus				
	A. repens				
	A. terreus				
Mucor	*P. adametzi*				
Rhizopus	*P. bearnense*				
	P. brevi-compactum				
	P. chrysogenum				
	P. citrinum				
	P. cyaneum				
	P. cyclopium				
	P. expansum				
	P. funiculosum				
	P. granulatum				
	P. notatum				
	P. raistrickii				
	P. rugulosum				
	P. viridicatum				

colony exhibiting individual morphological characteristics was transferred to separate slant.

$HgCl_2$ solution was found quite satisfactory for surface sterilization purposes and under laboratory conditions it appeared much more effective than sodium hyperchlorite recommended by certain authors. In the case of soft wheat grains, in which the crease is wide, the sterilization process is relatively easy.

The bacteria that were used in this study for an approximate estimation of odor producing capabilities of these micro-organisms were isolated from the same grain samples.

Next the odor producing capabilities were examined of the individual strains of molds and bacteria isolated from the experimental samples of grain. To this end, the individual strains were grown on the following cereal grains : wheat, rye, barley, oats, corn, soybean and rapeseed as well as on different components of grain, namely gluten, starch and fat. All the cereal grains were used in the form of coarse meal except rapeseed.

The methods of cultivation applied are described below.

1. *Growing on trays.*

From the grain to be examined, the coarse meal was prepared. Before inoculation, the coarse meal was moistened to 65-70 p. 100 and sterilized for 45 minutes at 1 atm. The sterility of the material was checked bacteriologically. The sterile meal was spread on perforated aluminum trays (35 × 15 × 5 cm) forming a layer 2 cm thick. Then, the medium was inoculated with the spore suspension in physiological saliva obtained from 6-day cultures grown on agar brewer's wort. The concentration of spores in the suspensions was standardized by washing a 100 sq. cm culture area with 100 ml of 0.85 p. 100 NaCl. The inoculation was done using 10 ml of suspension for 100 g of coarse meal. The molds were incubated at 28-30°C and 92-96 p. 100 relative humidity for 72-96 hours.

The bacteria were obtained by washing a 48-hours culture developed on meat peptone agar slant with 0.85 p. 100 NaCl. The bacteria were grown at 30-32°C for 96 hours.

2. *Growing on grain components.*

The growth tests with starch, gluten and fat were effected on Petri dishes. To this end, gluten was spread on Petri dishes in bayers 5 cm thick and sterilized at 3/4 atm. for 15 minutes. The suspension of mold spores or bacterial cells was inoculated using it in amounts that gave 65-70 p. 100 moisture content in gluten.

The fat fraction was prepared for inoculation in the following way : a filter paper circle saturated with 0.85 p. 100 NaCl was placed in a Petri dish and subjected to sterilization at 3/4 atm. for 30 minutes. Then the filter paper circle was covered with a thin layer of fat to be examined and inoculated with the suspension of micro-organisms. The sterility of the fat fraction was checked bacteriologically.

The growth tests on starch were carried out in the same way as in the case of gluten.

The mode of preparation of gluten and starch for the tray growth tests was the same.

C. — *Methods of sensory evaluation*

Sensory evaluation of odors was performed by a panel of 5-6 judges tested previously for the ability to recognize different odors produced by molds and bacteria grown on various media. In order to standardize the technique of sensory evaluation, a special glass set was devised. The evaluation procedure was as follows : disc shaped samples (4 cm in diameter) cut out from the cultures of molds or bacteria were placed on the bottom of the lower vessel of the glass set. In the case of molds, the samples were covered with two layers of cotton gauze to prevent the floatation of spores. After the set was put together, the lower vessel was plunged in water bath at 40°C ± 1°C for about 10 minutes. Then the odor of samples was determined anonymously by the panel members. To do it, each judge removed the stopper on the top of the glass set. The results were recorded individually on special forms.

D. — *Methods of isolation and identification of the volatiles produced by molds*

The volatiles were isolated from the cultures of micro-organisms by vacuum distillation under nitrogen, and the distillates were collected at the temperatures from — 10°C to — 78°C. The distillates were then extracted with methylene chloride. The resulting extracts were dried by freezing out of the water at — 25°C and then concentrated with a Vigreux distillation column down to 100 µl (KAMINSKI, LIS and WASOWICZ, 1971 ; KAMINSKI *et al.*, 1972 *a*).

The separation of volatile substances occurring in the concentrated distillates was carried out with Willy Giede model GCHF 18.3 gas chromatograph equipped with a flame ionization detector. The columns were stainless steel 3 m long, outer diameter 3 mm, packed with 15 per cent carbowax 20 M terminated with terephtalic acid on 80/100 mesh acid washed, OMCS treated chromosorb W. Nitrogen was used as the carrier gas at a flow rate of 20 ml/min. Two µl samples were applied to the column which was held isothermally at 120°C.

E. — *Identification of peaks on chromatograph by olfactory evaluation*

The sample of concentrated distillates to be examined was transferred to the column of the gas chromatograph equipped with a flame ionization detector. After the chromatogram was obtained, the same sample was applied once more to the column and the flame of the detector was turned off. A glass attachment with two endings made it possible to smell the volatiles as they left the detector. The time of appearance of individual odors was compared with the retention time of respective peaks. The analysis was carried out by a panel of 3-5 persons. To carry out the test, 3-5 µl portions had to be applied to the column.

F. — *Chemical identification of the volatiles produced by molds*

The chemical identification was carried out by gas chromatography : comparison of the retention time values of the peaks resulting from the separation of the concentrated distillates with those of the standards and determination of the func-

tional groups of the volatiles by chemical modification of the head space samples (HOFF and FEIT, 1963) ; by mass spectrometry : the mass spectra of the volatiles occurring in the concentrated distillates were compared to those of standards and to original literature. A combined apparatus consisting of a gas chromatograph and mass spectrometer LKB 9 000 was used for this purpose.

RESULTS

In tables 3, 4 and 5, the rates of penetration are given of the microflora inside the grain depending on the conditions of storage. As the results obtained suggest, there is some correlation between the penetration of the microflora inside the grain and the appearance of foreign odors.

At the temperatures 4°C and 10°C, the foreign odor could be detected after 18-24 months of storage depending on the relative humidity. At that time, 5-6 strains of molds and 3-4 strains of bacteria were detected inside the grain (tabl. 3 and 4). At the temperature 20°C, a strong musty odor made its appearance after 12 months of storage at 65 p. 100 relative humidity, after 6 months at 75 p. 100 relative humidity and as soon as after 3 months at 85 p. 100 relative humidity. Inside the grain kept at 65 p. 100 relative humidity and yielding musty odor, 5 mold strains were detected. At higher relative humidities and at 20°C, a strong development was observed of the exterior microflora. This accounts for the fact that under these conditions no close correlation could be stated between the interior microflora and odor changes in grain. Thus, as it was mentioned above, at the relative humidity 85 p. 100, musty odor could be detected after 3 months time although inside the grain only 2 strains of molds were present.

The studies carried out this far have not made it possible to identify the strain which after having penetrated inside the grain cause significant odor changes. They suggest however that the intensity of the development of the interior microflora exerts an essential effect on the odor of grain (tabl. 4 and 5).

The results of sensory evaluation of odors produced by 26 different strains of molds grown on coarse wheat meal are presented in table 6. The majority of the molds examined were found capable of producing musty and fungal odors. Musty odor was found in 22 molds, fungal in 14 molds ; in 12 molds, musty and fungal odors accompanied each other. Fruity, urinal and earthy odors were found in 4 molds, putrid in 3 molds, while mashy in 2 strains only. Moreover, in 11 mold strains the occurence was established of some indeterminate odors besides. On the basis of the p. 100 contribution of a given odor and its intensity, it could be concluded that musty odor was predominant in the following molds : *A. awamori*, *A. flavus*, *A. niger 55*, *A. oryzae*, *P. adametzi*, *P. brevicompactum*, *P. citrinum*, *P. cyaneum*, *P. rugulosum*, *Alternaria* and *Rhizopus oligosporum*.

Fungal odor was predominant in the case of the following molds : *A. nidulans*, *A. ochraceus* and *Cephalosporium*.

In tables 7, 8 and 9, the results are presented of sensory evaluation of odors produced by *A. flavus*, *A. niger 55* and *A. nidulans* grown on various cereal grains and grain components. According to the frequency of occurrence, the main odors

TABLE 3

Time of penetration on surface microflora inside the wheat grain in connection of flavor formation storage in temperature 4°C

(8 molds and bacteria given in order of appearance)

Period of storage in months	Relative humidities in p. 100								
	65			75			85		
	Molds	Bacteria	Off flavor	Molds	Bacteria	Off flavor	Molds	Bacteria	Off flavor
3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
6	—	—	—	—	—	—	*P. funiculosum*	*B. subtilis*	—
12	*Cladosporium*	*B. subtilis*	—	*P. rugulosum* *Cladosporium*	*B. solitum*	—	*P. funiculosum* *Alternaria* *Cladosporium*	*B. subtilis* *B. pumilus*	—
18	*Cladosporium* *Pullularia*	*B. subtilis*	—	*P. rugulosum* *Cladosporium*	*B. subtilis*	—	*P. funiculosum* *Alternaria* *Cladosparium* *P. expansum* *Pullularia*	*B. subtilis* *B. pumilus* *Pseudomonas trifolii*	—
24	*Cladosporium* *Pullularia*	*B. subtilis*	—	*P. rugulosum* *Cladosporium*	*B. subtilis*	—	*P. funiculosum* *Alternaria* *Cladosporium* *P. expansum* *Pullularia* *A. amstelodami*	*B. subtilis* *B. pumilus* *Pseudomonas trifolii*	+

— No interior microflora or
No off-flavor
\+ Appearance of off-flavor

TABLE 4

Time of penetration on surface microflora inside the wheat grain in connection off flavor formation storage in temperature 10°C

(Molds and bacteria given in order of appearance)

Period of storage in months	Relative humidities in p. 100								
	65			75			85		
	Molds	Bacteria	Off flavor	Molds	Bacteria	Off flavor	Molds	Bacteria	Off flavor
3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
6	*P. lanosum* *Cladosporium*	*B. subtilis*	—	*A. amstelodami* *Cladosporium*	*B. subtilis*	—	*P. funiculosum* *P. expansum*	*B. subtilis*	—
12	*P. lanosum* *Cladosporium* *Pullularia*	*B. subtilis*	—	*A. amstelodami* *Cladosporium* *Pullularia*	*B. subtilis*	—	*P. funiculosum* *P. expansum* *Alternaria*	*B. subtilis* *B. cereus*	—
18	*P. lanosum* *Cladosporium* *Pullularia*	*B. subtilis*	—	*A. amstelodami* *Cladosporium* *Pullularia* *Cephalosporium*	*B. subtilis* *B. pumilus*	—	*P. funiculosum* *P. expansum* *A. amstelodami* *Alternaria* *Cladosporium*	*B. subtilis* *B. cereus* *Pseudomonas trifolii* *Streptomyces*	+
24	*P. lanosum* *Cladosporium* *Pullularia*	*B. subtilis*	—	*A. amstelodami* *Cladosporium* *Pullularia* *Cephalosporium* *P. rugulosum*	*B. subtilis* *B. pumilus* *Pseudomonas trifolii* *Streptomyces*	+	*P. funiculosum* *P. expansum* *A. amstelodami* *Alternaria* *Cladosporium* *Pullularia*	*B. subtilis* *B. cereus* *Pseudomonas trifolii* *Streptomyces*	+

— No interior microflora or
No off-flavor
\+ Appearance of off-flavor

TABLE 5

Time of penetration on surface microflora inside the wheat grain in connection of flavor formation storage in temperature 20°C

(molds and bacteria given in order of appearance)

Period of storage in months	Relative humidities in p. 100								
	65			75			85		
	Molds	Bacteria	Off flavor	Molds	Bacteria	Off flavor	Molds	Bacteria	Off flavor
3	*P. lanosum*	*B. subtilis*	—	*P. funiculosum* *A. amstelodami*	*B. subtilis*	—	*P. funiculosum* *A. amstelodami*	*B. cereus*	+
6	*P. lanosum* *P. rugulosum* *A. fumigatus* *Cladosporium*	*B. subtilis*	—	*P. funiculosum* *A. amstelodami* *P. adametzi* *Cladosporium* *Alternaria*	*B. subtilis* *Pseudomonas trifolii*	+	*P. funiculosum* *A. amstelodami* *P. repens* *P. brevi-compactum* *A. fumigatus* *Cladosporium* *Pullularia* *Rhizopus*	*B. cereus* *B. megaterium* *Pseudomonas trifolii* *Streptomyces*	+
12	*P. lanosum* *P. rugulosum* *A. fumigatus* *Cladosporium* *A. albus*	*B. subtilis*	+	*P. funiculosum* *A. amstelodami* *P. adamtzi* *Cladosporium* *P. solitum*	*B. subtilis* *Pseudomonas trifolii* *Streptomyces*	+	*P. funiculosum* *A. amstelodami* *P. repens* *P. brevi-compactum* *A. fumigatus* *Cladosporium*	*B. cereus* *B. megaterium* *Pseudomonas trifolii*	+
18-24	*P. lanosum* *P. rugulosum* *A. fumigatus* *Cladosporium* *A. albus* *Alternaria* *Rhizopus*	*B. subtilis*	+	*P. funiculosum* *A. amstelodami* *P. adametzi* *Cladosporium* *P. solitum* *P. citrinum* *Pullularia*	*B. subtilis* *Pseudomonas trifolii* *Streptomyces*	+	*Pullaria* *Rhizopus* *P. chrysogenum* *P. psittacinum* *P. raistrickii*	*Streptomyces* *Flavobacterium* *Escherichia* *Aerobacter*	—

— No interior microflora or No off-flavor

\+ Appearance of off-flavor

can be arranged as follows : musty, fungal, urinal, acid, putrid. In many cases, the presence was established of some accompanying odors which could not be identified however.

According to data presented in the tables, the odors undergo changes depending on the strain involved and on the medium conditions as well. The odors produced by bacteria are listed in tables 10 and 11.

According to the results obtained, the sensory evaluation made it possible to determine 10 odors produced by bacteria. The odor-producing capabilities of the sporing bacteria of the groups *subtilis* and *megaterium-cereus* were higher than

TABLE 6

Sensory evaluation of odors produced by molds incubated on wheat coarse meal. Percentage of the odors distribution and in the brackets intensity of odors (score 0-5)

Molds	Musty	Fungal	Fruity	Urinal	Putrid	Earthy	Mashy	Indeterminate
A. avamori	55 (2.3)	45 (2.3)	—	—	—	—	—	—
A. candidus	20 (3.0)	—	50 (4.0)	—	30 (2.0)	—	—	—
A. flavus	45 (4.0)	—	—	32 (3.0)	—	—	—	23 (2.0)
A. nidulans	24 (2.4)	76 (4.2)	—	—	—	—	—	—
A. niger 55	66 (3.0)	34 (2.6)	—	—	—	—	—	—
A. oryzae	66 (3.2)	34 (3.0)	—	—	—	—	—	—
A. ochraceus	—	86 (4.2)	—	—	—	—	—	14 (1.5)
A. parasiticus	15 (2.0)	15 (2.0)	—	70 (3.0)	—	—	—	—
A. repens	—	—	16 (1.5)	42 (3.0)	42 (3.0)	—	—	—
P. adametzi	80 (4.0)	—	—	—	—	—	—	20 (1.0)
P. bearnense	50 (3.0)	25 (2.5)	25 (2.0)	—	—	—	—	—
P. brevi-compactum	60 (4.2)	—	—	—	20 (3.0)	—	20 (1.0)	—
P. chrysogenum	50 (2.3)	38 (1.6)	—	—	—	—	—	12 (3.0)
P. citrinum	66 (3.0)	—	—	—	—	—	—	34 (1.8)
P. cyaneum	70 (3.6)	15 (3.0)	—	—	—	15 (3.0)	—	—
P. granulatum	40 (3.0)	40 (3.0)	—	—	—	—	—	20 (2.0)
P. notatum	50 (1.5)	—	—	—	—	—	—	50 (1.0)
P. raistrickii	16 (1.0)	—	—	43 (1.7)	—	—	—	43 (2.5)
P. rugulosum	62 (4.0)	—	—	—	—	26 (2.2)	—	12 (1.5)
P. viridicatum	55 (1.3)	—	—	—	—	—	—	45 (1.0)
Alternaria	66 (4.0)	34 (3.0)	—	—	—	—	—	—
Cephalosporium	—	100 (2.8)	—	—	—	—	—	—
Fumago	50 (3.0)	—	—	—	—	25 (2.5)	—	25 (2.0)
Fusarium	52 (3.2)	16 (3.6)	—	—	—	16 (3.6)	16 (2.8)	—
Neurospora crassa	—	—	100 (5.0)	—	—	—	—	—
Rhizopus oligosporus	66 (3.6)	34 (3.2)	—	—	—	—	—	—

those of the nonsporing ones. Most of the bacteria examined could produce acid and putrid odors. Some of the strains of the gena *Pseudomonas* and *subtilis* produced odors characteristic of molds such as musty and fusty besides. The medium was found to exert a strong effect on the type of odors produced by bacteria. The bacteria grown on corn, rice and starch were found to produce the lowest amounts of odor substances.

TABLE 7

Sensory evaluation of odors produced by A. flavus *incubated on various media. Percentage of the odors distribution and in the brackets intensity of odors* (score 0-5)

Media	Musty	Putrid	Fungal	Urinal	Ammonia	Acid	Honey	Mashy	Rotten (isobut. acid)	Indeter-minate	No odor
Gluten + starch + oil	—	—	—	50 (4.0)	—	—	—	—	—	50 (2.8)	—
Germ oil.....	—	—	—	—	—	—	83 (2.5)	—	—	17 (0.5)	—
Wheat starch	35 (0.5)	—	—	—	—	—	—	—	—	—	75
Gluten	—	—	43 (2.0)	—	57 (3.0)	—	—	—	—	—	—
Wheat bran.....	—	—	—	80 (2.7)	—	—	—	—	—	20 (1.5)	—
Wheat germs.....	65 (2.8)	—	—	—	—	—	—	—	—	35 (2.6)	—
Rape.....	—	—	—	85 (2.8)	—	—	—	—	—	15 (1.5)	—
Soya-bean	—	100 (4.8)	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Rice	—		—	—	—	45 (2.4)	—	—	33 (4.0)	22 (3.2)	—
Corn	90 (2.9)	—	—	—	—	—	—	—	—	10 (1.6)	—
Oat	—	68 (3.0)	—	—	—	32 (1.5)	—	—	—	—	—
Barley	50 (2.7)	—	—	—	—	—	—	—	—	50 (0.1)	—
Rye.....	76 (2.3)	—	—	—	—	24 (2.0)	—	—	—	—	—
Wheat	22 (2.0)	—	—	42 (2.4)	—	—	—	22 (1.8)	—	14 (1.2)	—

TABLE 8

Sensory evaluation of odors produced by A. niger 55 *incubated on various media. Percentage of the odors distribution and in the brackets intensity of odors* (score 0-5)

Medlia	Musty	Putrid	Fungal	Urinal	Ammonia	Acid	Honey	Floral	Indeter-minate	No odor
Gluten + starch + oil	—	—	32 (0.5)	—	—	—	—	—	68 (2.0)	—
Germ oil	—	—	—	—	—	—	100 (2.5)	—	—	—
Wheat starch	—	—	—	—	—	—	—	—	—	100
Gluten	—	—	—	82 (2.8)	—	—	—	—	18 (1.0)	—
Wheat bran	—	—	65 (1.5)	—	—	—	—	—	35 (0.8)	—
Wheat germs	33 (2.0)	—	34 (2.2)	—	—	—	—	—	33 (2.5)	—
Rape	30 (2.0)	—	30 (1.3)	—	—	—	—	—	40 (1.3)	—
Soya-bean	—	34 (3.0)	—	—	—	22 (1.5)	—	—	44 (2.2)	—
Rice	—	—	—	—	—	—	—	48 (3.0)	52 (2.8)	—
Corn	80 (3.0)	—	20 (2.8)	—	—	—	—	—	—	—
Oat	—	—	—	—	100 (4.8)	—	—	—	—	—
Barley	46 (2.0)	—	27 (2.7)	—	—	27 (1.5)	—	—	—	—
Rye	67 (3.0)	—	33 (2.6)	—	—	—	—	—	—	—
Wheat	64 (2.7)	—	36 (3.0)	—	—	—	—	—	—	—

TABLE 9

Sensory evaluation of odors produced by A. nidulans *incubated on various media. Percentage of the odors distribution and in the brackets of odors* (score 0-5)

Media	Musty	Putrid	Fungal	Urinal	Ammonia	Acid	Honey	Mashy	Fruity	Indeter-minate	No odor
Gluten + starch + oil	23 (1.5)	—	—	77 (3.5)	—	—	—	—	—	—	—
Germ oil.....	—	—	—	—	—	—	28 (1.0)	—	—	—	72
Wheat starch	78 (2.5)	—	—	—	—	—	—	—	—	22 (1.0)	—
Gluten	15 (1.3)	—	—	85 (3.5)	—	—	—	—	—	—	—
Wheat bran	25 (1.3)	—	75 (2.8)	—	—	—	—	—	—	—	—
Wheat germs.....	34 (2.5)	—	—	66 (2.5)	—	—	—	—	—	—	—
Rape.....	50 (1.7)	35 (2.0)	—	—	—	—	—	—	—	15 (0.5)	—
Soya-bean	34 (1.3)	—	—	—	66 (4.0)	—	—	—	—	—	—
Rice	—	—	—	—	—	35 (2.0)	—	47 (2.0)	—	18 (3.5)	—
Corn	80 (2.7)	—	—	—	—	—	—	—	20 (0.3)	—	—
Oat	—	—	28 (1.0)	57 (3.0)	—	—	—	—	—	15 (0.8)	—
Barley	100 (2.2)	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Rye.....	80 (2.7)	—	20 (0.8)	—	—	—	—	—	—	—	—
Wheat	66 (4.2)	—	34 (2.3)	—	—	—	—	—	—	—	—

TABLE 10

Sensory evaluation of odors produced by bacteria incubated on various media. Percentage of the odors distribution and in brackets intensity of odors (score 0-5)

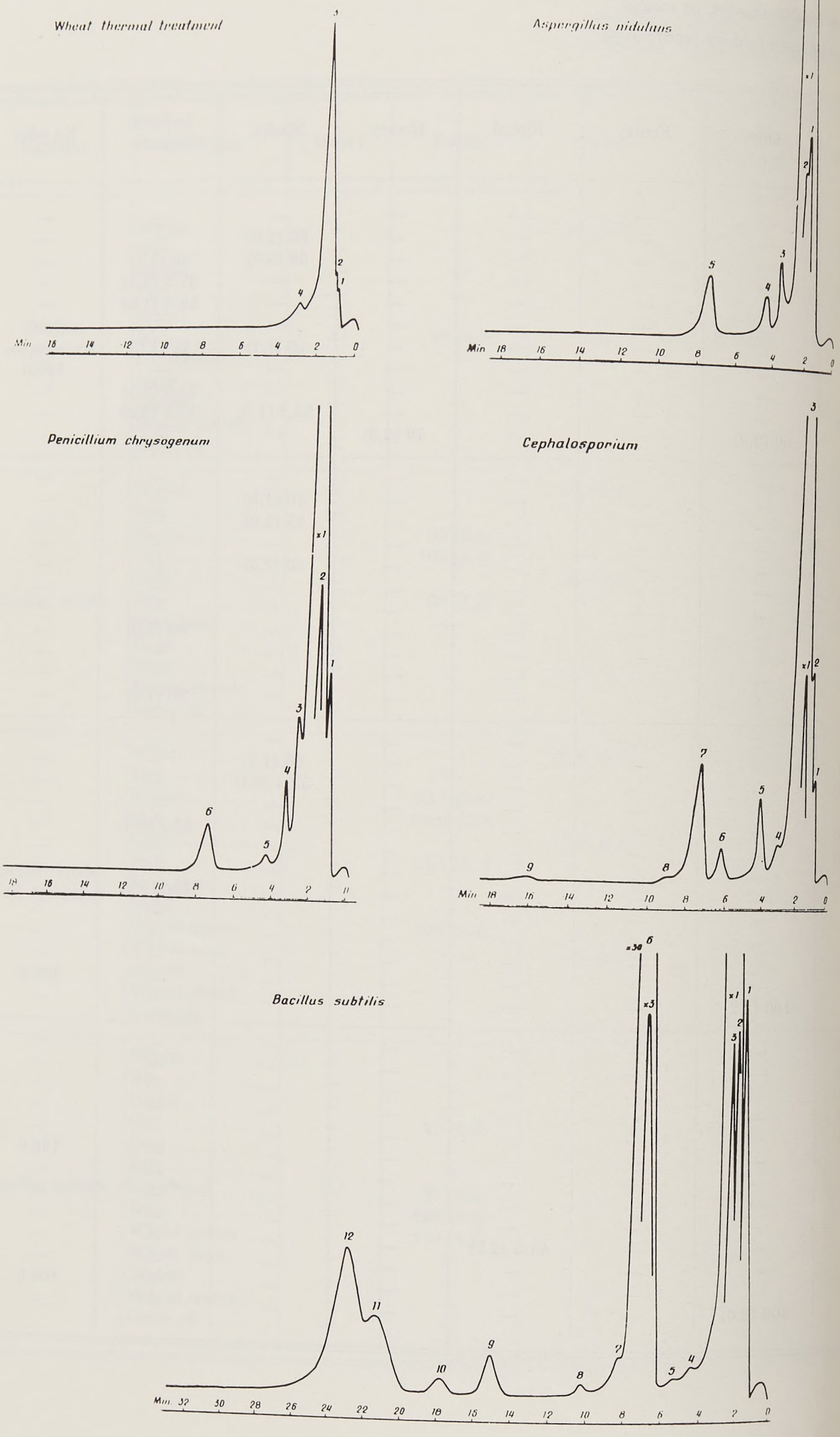
Bacteria	Medium	Musty	Putrid	Urinal	Rotten, like isobut-acid	Ammonia	Acid	Oily	Fruity	Floral	Honey	Mashy	Indeter-minate	No odor
Staphylococcus epidermis	Wheat	—	35.1 (2.7)	—	—	—	55.7(2.1)	—	—	—	—	—	9.2 (1.8)	—
	Rye	—	40 (1.5)	—	—	—	40 (1.5)	—	—	—	—	—	20 (1.0)	—
	Barley	25 (1.3)	50 (1.6)	—	—	—	—	—	—	—	—	—	25 (1.0)	—
	Oat	—	50 (2.3)	—	—	—	40(1.7)	—	—	—	—	—	10 (0.5)	—
	Corn	83.4 (1.7)	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	16.7 (0.7	—
	Rice	50 (11)	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	50 (1.5)	—
	Soya-bean ..	—	33.4 (1.9)	—	—	—	33.3 (1.5)	—	—	—	—	—	33.3 (1.5)	—
	Rape	—	—	—	50 (30)	—	50 (1.5)	—	—	—	—	—	—	—
Pseudomonas trifolii	Wheat	—	66.6 (3.0)	—	—	—	—	—	—	—	—	—	33.4 (2.7)	—
	Rye	—	—	—	—	—	20 (0.8)	—	—	—	—	80 (1.0)	—	—
	Barley	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	42.8 (1.0)	28.6 (1.2)	—
	Oat	—	—	—	—	—	28.5 (1.1)	—	—	—	—	—	71.5 (1.0)	—
	Corn	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	100.0
	Rice	100 (1.6)	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	Soya-bean ..	25 (0.5)	50 (2.4)	—	—	—	25 (10)	—	—	—	—	—	—	—
	Rape	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—		
	Gluten	20 (2.5)	—	40 (2.0)	—	—	—	—	—	—	—	—	40 (1.0)	—
	Wheat starch													
	Germ oil													
Pseudomonas fluorescens	Wheat	—	—	—	71.4 (2.8)	—	28.6 (2.5)	—	—	—	—	—	—	—
	Rye	—	—	—	40 (2.7)	—	60 (2.5)	—	—	—	—	—	—	—
	Barley	—	—	—	—	—	50 (1.5)	—	—	—	—	—	—	50.0
	Oat	—	—	—	—	—	60 (1.3)	—	—	—	—	—	40 (1.5)	—
	Corn	—	—	—	—	—	80 (22)	—	—	—	—	—	20 (1.0)	—
	Rice	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	80.0
	Soya-bean ..	—	—	—	—	—	40 (1.5)	—	—	—	—	—	60 (2.5)	—
	Rape	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	100 (2.5)	—
	Wheat germs	—	—	—	—	—	80 (2.6)	—	—	—	—	—	20 (3.0)	—
	Wheat bran .	—	—	—	—	—	50 (2.0)	—	—	50 2(.0)	—	—	—	—
	Gluten	—	—	—	—	—	—	—	—	100 (2.2)	—	—	—	—
	Wheat starch	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	100.0
	Germ oil.....	—	—	—	—	—	—	20 (1.5)	—	—	—	—	—	80.0

E II

Sensory evaluation of odors prod bacteria incubated on various media.
Percentage of the odors distribution brackets intensity of odors (score 0-5)

Bacteria	Medium	Musty	Putrid	Urinal	Rotten, like izobut acid	Ammoni	Acid	Oily	Fruity	Floral	Honey	Mashy	Indeter-minate	No odor
Bacillus megaterium	Wheat	—	—	60 (2,8)	—	40 (2,4	—	—	—	—	—	—	—	—
	Rye	—	—	—	—	—	50 (2.0)	—	—	—	—	50 (2.0)	—	—
	Barley	—	—	—	—	—	40 (1.5)	—	—	—	—	30 (3.0)	30 (1.7)	—
	Oat	—	—	—	—	—	62.5 (1.9)	—	—	—	—	—	37.5 (1.4)	—
	Corn	—	—	—	—	—	51.7 (1.4)	—	—	—	—	—	48.3 (1.6)	—
	Rice	—	50 (3,5)	—	20 (2,0)	—	30 (1.6)	—	—	—	—	—	—	—
	Soya-Bean	—	—	—	—	—	50 (2.1)	—	—	—	—	40 (1.1)	10 (1.0)	—
	Rape	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	100.0
	Gluten	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	28.6 (1.5)	—
	Wheat starch	—	—	—	—	71,4 (3,3	—	—	—	—	—	53.3 (1.0)	43.4 (2.0)	—
	Germ oil	—	—	—	—	—	53.3 (2.0)	—	—	—	—	—	—	—
							—	60 (3.0)	—	—	40 (2.3)			
Bacillus cereus	Wheat	—	—	55 (2,7)	—	45 (21)	—	—	—	—	—	—	—	—
	Rye	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	40 (1.5)	—	—
	Barley	—	50 (3,5)	—	—	—	60 (2.3)	—	—	—	—	25 (2.0)	—	—
	Oat	—	100 (4,5)	—	—	—	25 (1.5)	—	—	—	—	—	—	—
	Corn	—	—	40 (,30)	—	—	—	—	—	—	—	60 (2.3)	—	—
	Rice	—	60 (3,5)	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	Soya-bean	—	—	—	—	100 (4,7	40 (2.0)	—	—	—	—	—	—	—
	Rape	—	—	—	40 (3.1)	—	—	—	—	—	—	—	60 (2.0)	—
	Gluten	—	—	54.5 (3.1)	—	45.5 (3.3	—	—	—	—	—	—	—	—
	Wheat starch	—	—	—	60 (2.0)	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	Germ oil	—	—	—	80 (1.7)	—	40 (1.0)	—	—	—	—	—	20 (1.2)	—
							—	—						
Bacillus cereus var. *mycoides*	Wheat	—	—	60.6 (3.0)	33.4 (2.1)	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	Rye	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	60 (1.7)	—	—
	Barley	—	33.3 (3.1)	—	—	—	40 (1.3)	—	—	—	—	53.3 (3.1)	—	—
	Oat	—	100.0 (4.8)	—	—	—	53.4 (2.1)	—	—	—	—	—	—	—
	Corn	—	—	53.3 (3.6)	—	—	—	—	—	—	—	—	22.3 (3.1)	—
	Rice	—	55.5 (3.5)	—	—	—	44.4 (2.4)	—	—	—	—	—	—	—
	Soya Bean	—	—	—	—	100 (4.8)	44.5 (1.8)	—	—	—	—	—	—	—
	Rape	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	100 (2.5)	—
	Wheat germs	—	100 (3.0)	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	Wheat bran	—	—	24.8 (2.3)	57.2 (2.0)	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	Gluten	—	—	—	—	100 (41)	—	—	—	—	—	—	—	—
	Wheat starch	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	100.0
	Germ oil	—	—	—	—	—	—	100 (2.2)	—	—	—	—	—	—
Bacillus subtilis	Wheat	—	—	—	—	—	100 (2.0)	—	—	—	—	—	—	—
	Rye	—	—	—	—	—	100 (2.1)	—	—	—	—	—	—	—
	Barley	—	—	—	—	—	100 (2.6)	—	—	—	—	—	—	—
	Oat	—	40 (4.0)	—	40 (2.7)	—	20 (2.0)	—	—	—	—	—	—	—
	Corn	—	—	—	—	—	100 (2.4)	—	—	—	—	—	—	100.0
	Rice	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	Soya-bean	—	50 (3.0)	—	—	50 (5.7)	—	—	—	—	—	—	—	—
	Rape	—	100 (3.8)	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	Wheat germs	—	100 (4.0)	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	Wheat bran	—	—	—	55.5 (2.)	—	—	—	—	44.5 (2.2)	—	—	—	—
	Gluten	—	—	—	—	100 (4.5)	—	—	—	—	—	—	—	100.0
	Wheat starch	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	Germ oil	—	—	—	—	—	—	a00 (2.0)	—	—	—	—	—	—

FIG. 1. — *Gas chromatograms of head space from wheat thermal treatment, molds and bacteria*



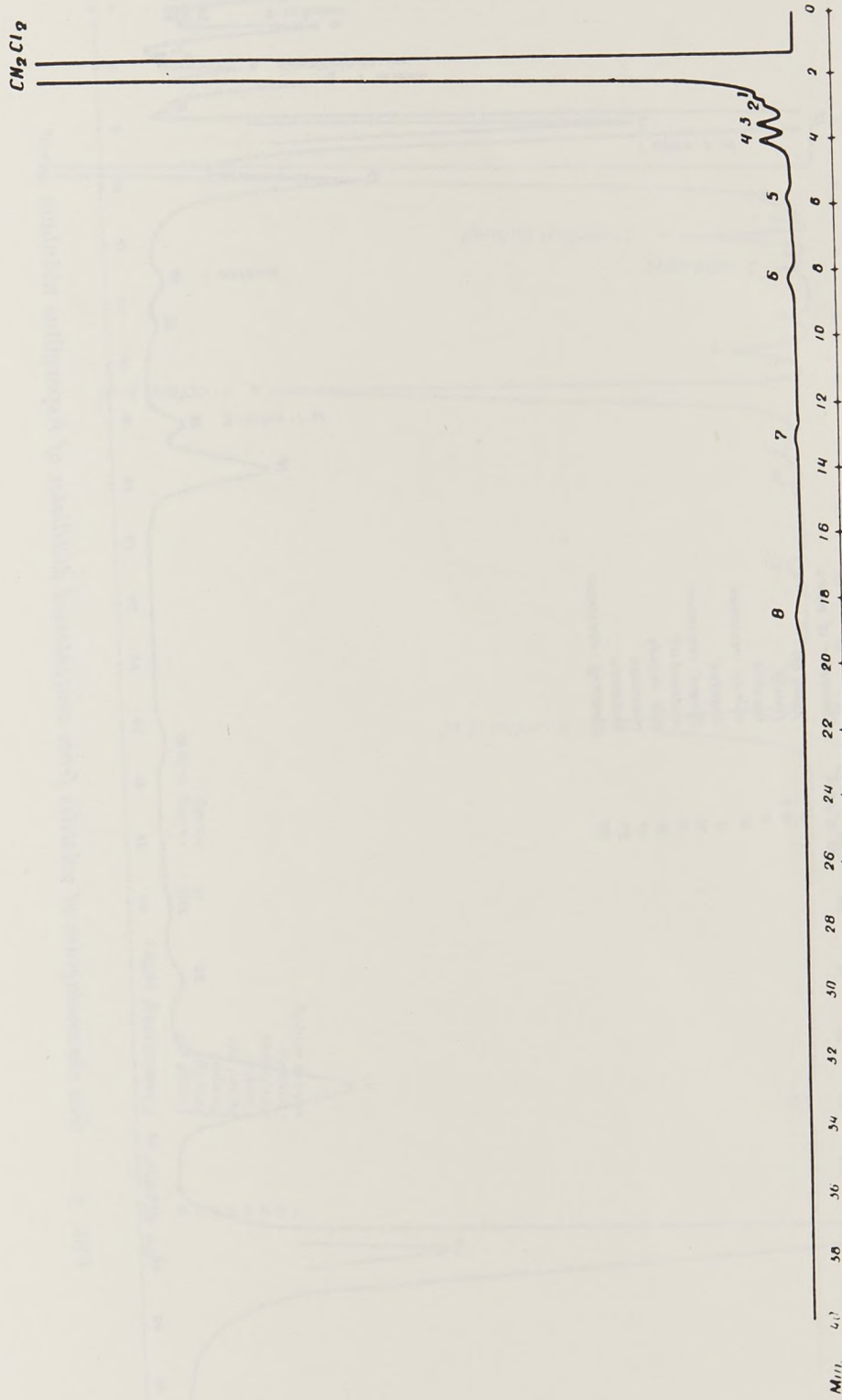


FIG. 2. — *Gas chromatogram of volatiles from concentrated distillates of wheat thermal treatment*

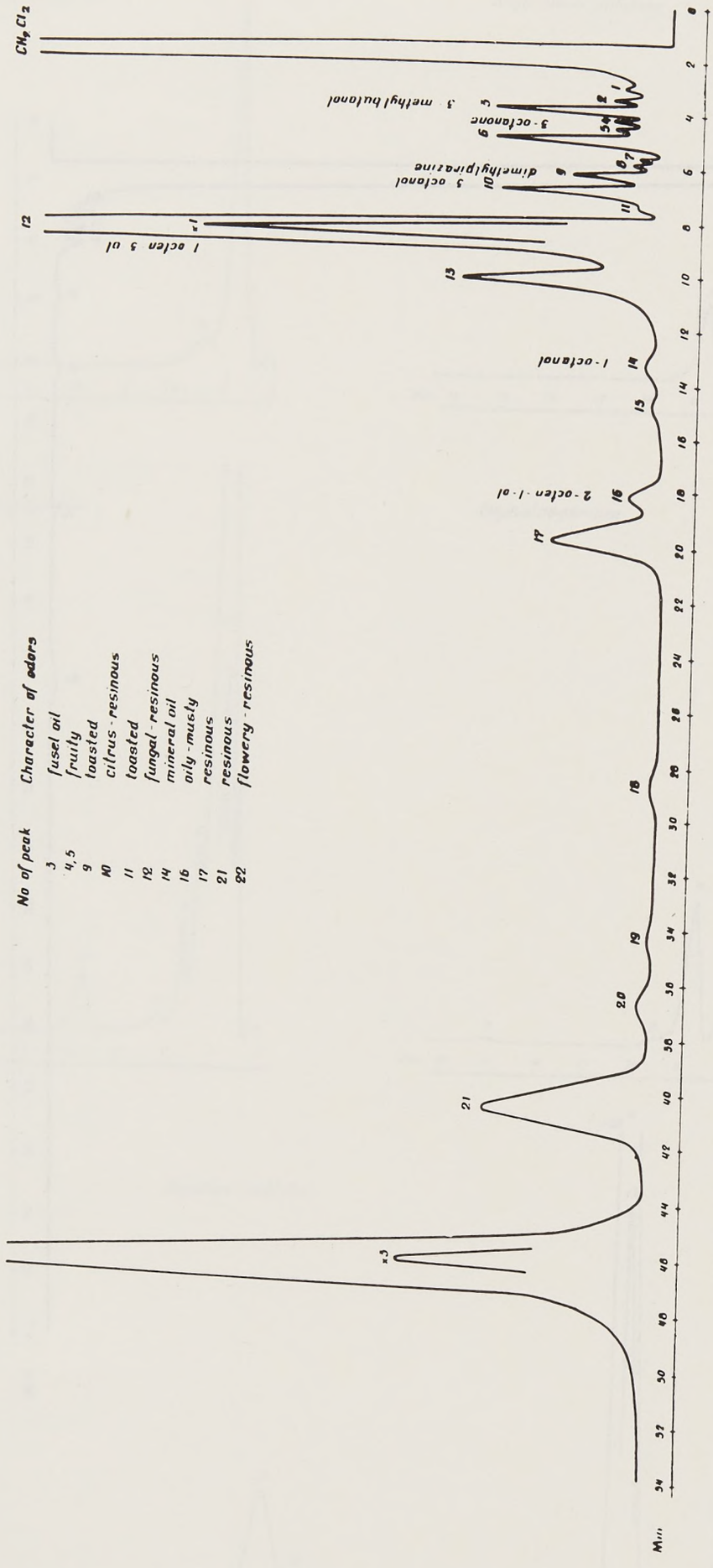


FIG. 3. — *Gas chromatogram of volatiles from concentrated distillates of* Aspergillus nidulans

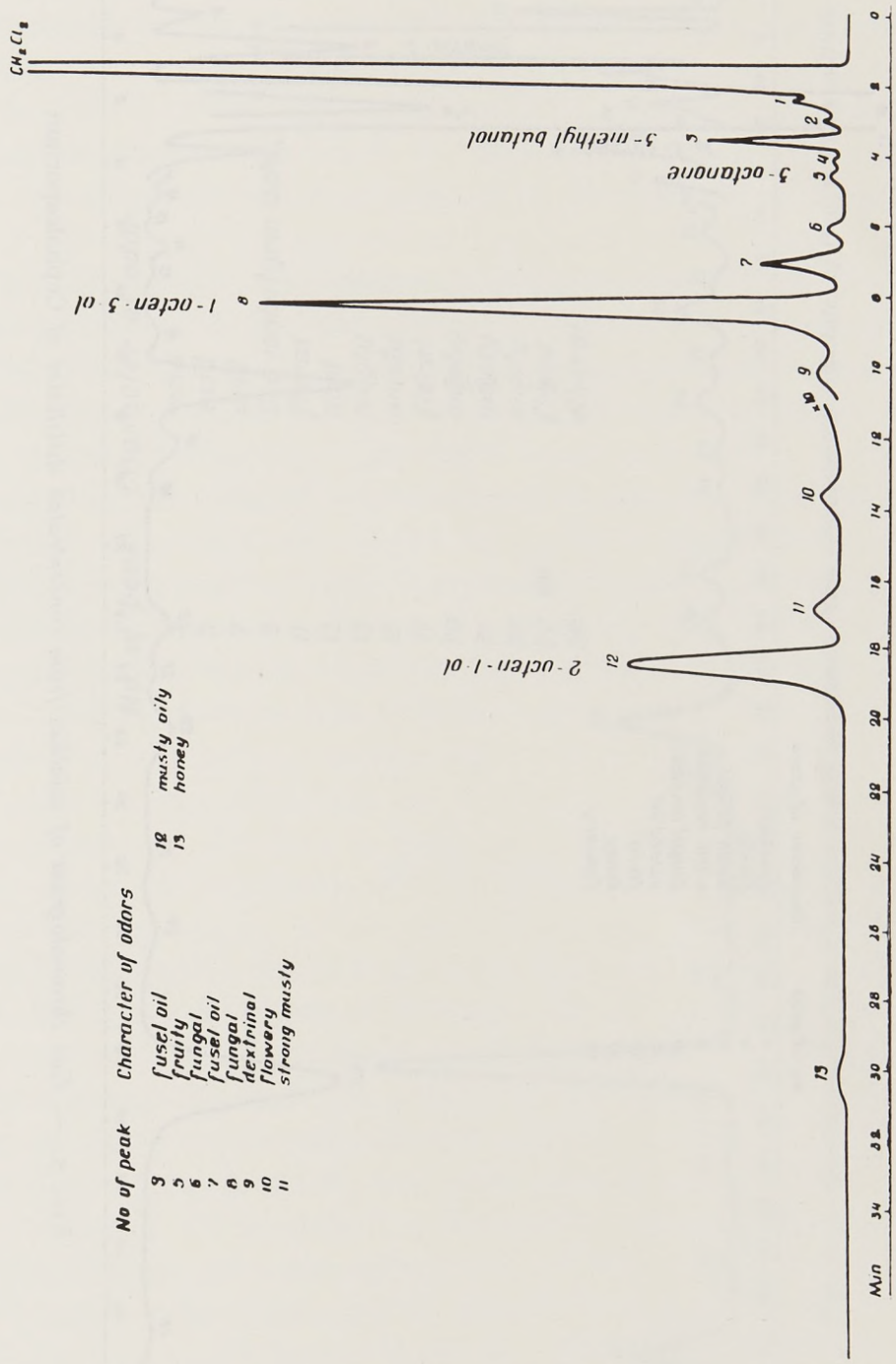


FIG. 4. — *Gas chromatogram of volatiles from concentrated distillates of* Penicillium chrysogenum

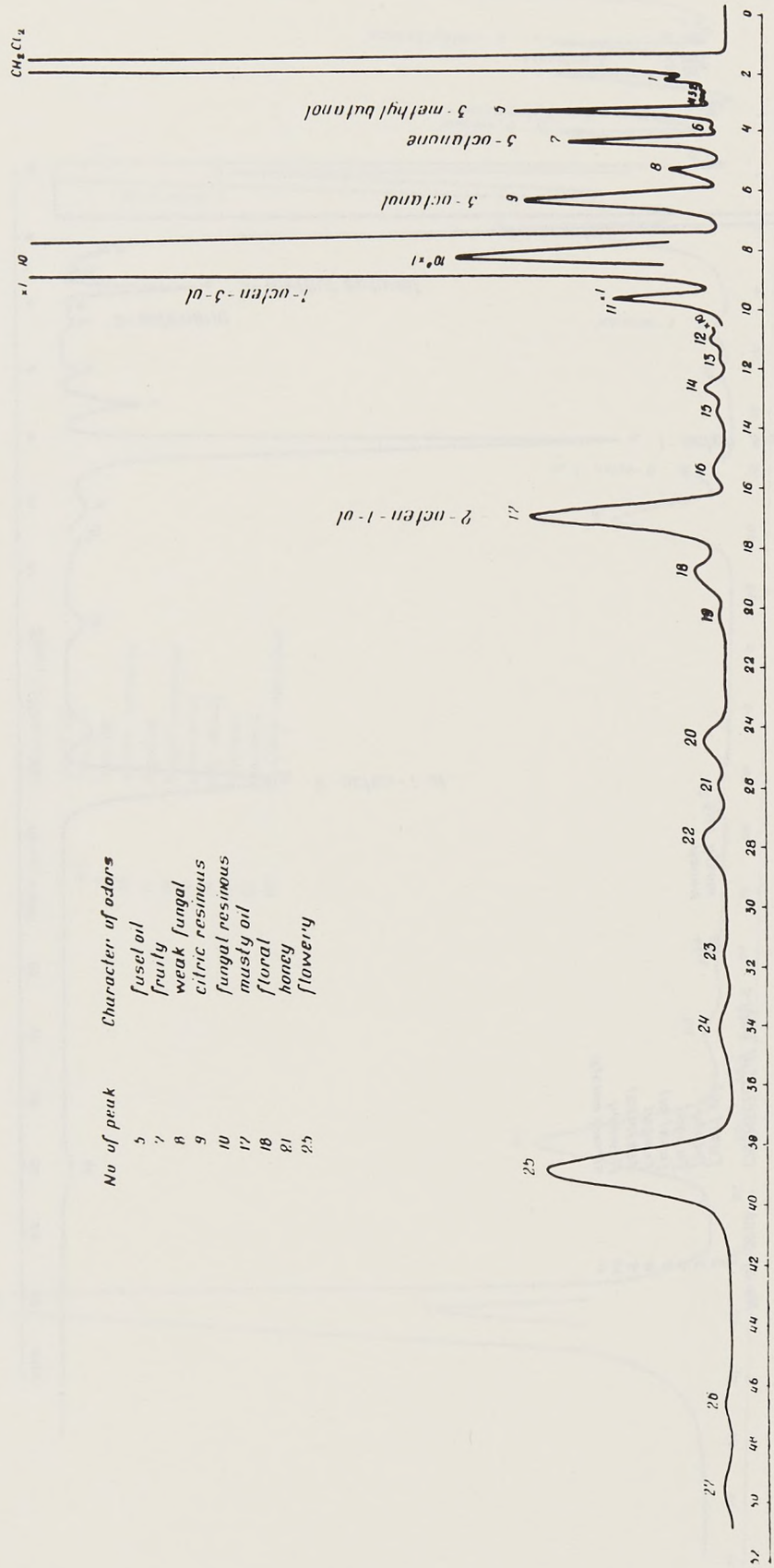


FIG. 5. — *Gas chromatogram of volatiles from concentrated distillates of* Cephalosporium

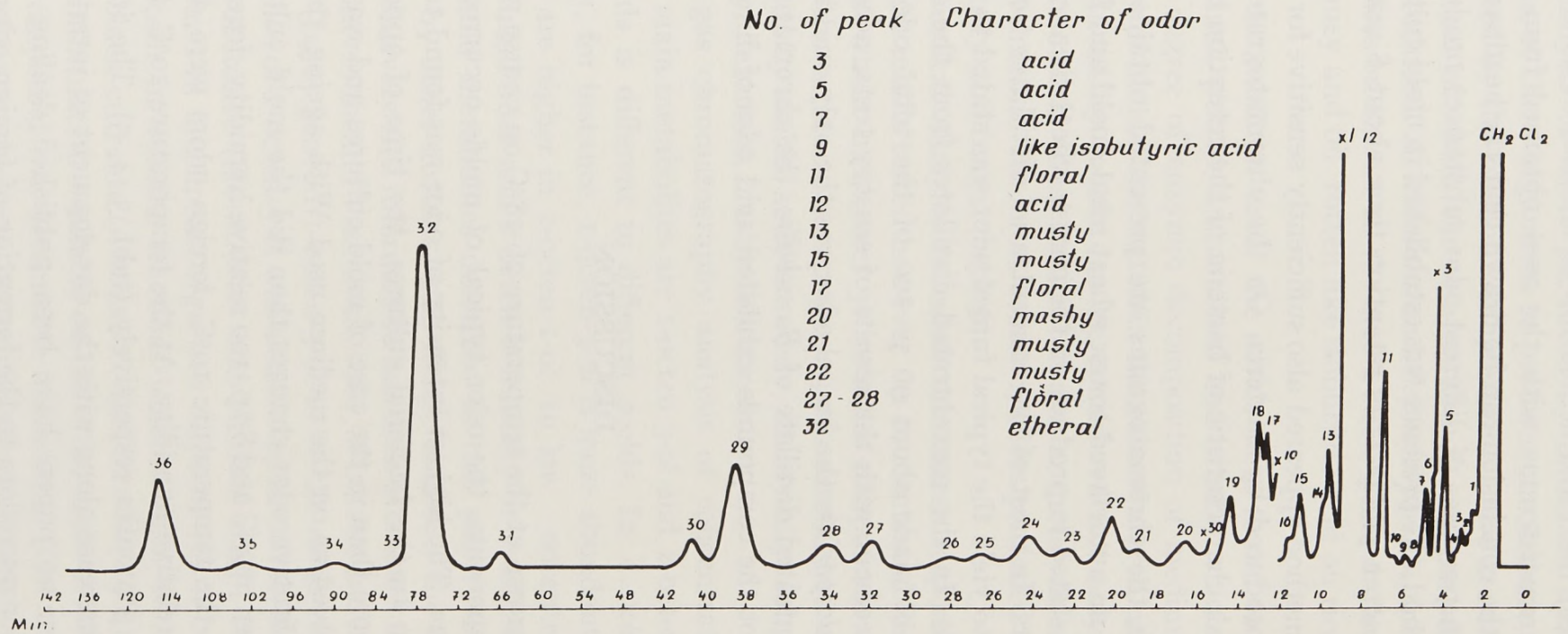


FIG. 6. — *Gas chromatogram of volatile flavor substances from concentrated distillates of* Bac. subtilis *culture*

In figure 1, the chromatogram is presented of the volatile odor substances produced by chosen molds and bacteria. These chromatograms could be obtained by the application to the column of 5 ml portions of vapors taken above 20 g cultures grown on coarse wheat meal and heated for 30 minutes at 90°C prior to sampling. Comparing these chromatograms with the ones obtained from autoclaved wheat (reference samples), the conclusion can be drawn that the head space method can be used for the detection purposes of different odor substances produced by molds and bacteria. By this method, the presence was established in mold cultures of the characteristic compound 1-octen-3-ol peak of retention time about 8 minutes on the chromatogram.

The head space method appeared also sufficiently sensitive for the determination of odor substances produced by bacteria. On the chromatogram from the culture of *B. subtilis*, the peak characteristic of bacteria of the retention time 7 minutes can be seen.

In figures 2 to 6, the chromatograms are presented obtained for the concentrated distillate from an autoclaved coarse wheat meal, mold and *B. subtilis* cultures.

The molds were stated to produce on the coarse wheat meal over 30 compounds yielding various odors. In most of the concentrated distillates from molds, 1-octen-3-ol which is known to yield the typical fungal odor was stated to be one of the most abundant compounds. In the concentrated distillates from the cultures of *Cephalosporium*, 1-octen-3-ol made about 90 p. 100 of the total odor substances. The above is in good agreement with the results of sensory tests, according to which in the cultures of *Cephalosporium* the fungal odor was the only one detectable (tabl. 6).

From the concentrated distillate of *B. subtilis*, the chromatogram of 38 peaks was obtained. Most ot the compounds exhibited acid odor of different intensity and musty.

DISCUSSION

In the cultures grown at the temperature 26-28°C on coarse wheat meal and on individual grain components, the odor typical of molds occurred between 48 and 96 hours of cultivation. The highest intensity of odor was found to coincide with the sporulation optimum. In the bacterial cultures, the time of appearance of foreign odors varied much more than in the case of mold cultures and was stated to depend as on the strain involved as on the medium used. With ageing, the bacteria cultures showed stronger qualitative odor changes than did the mold cultures.

In the grain stored at 4°C and 85 p. 100 relative humidity, foreign odors occurred after 24 months. At the temperature 10°C, foreign odors were detectable after 18 months at 75 p. 100 relative humidity. At the temperature 20°C, foreign odors were detected after 6 and 3 months respectively (tabl. 3, 4, 5). The intensity of foreign odors was stated to increase along with the development of interior microflora.

In the literature, no papers have been published dealing directly with the contribution of interior microflora to the formation of foreign odors in cereals. Some details on the importance of this group of microflora can be found in the paper of Kretovich and Prochorova (1960). According to these authors, the grain exhibiting musty odor showed an increased aqueous acidity, acid number of fat, relati-

vely high amylolytic and proteolytic activities as well as an increased content of aldehydes and ammonia. The grain showing musty-putrid odor was stated to be high in amines.

Organoleptic analysis of odors produced by molds on different experimental media proved certain of these organisms to produce one definite, predominant odor, this being not affected by the medium composition. There are certain molds on the other hand in the case of which the composition of medium affects eesentially the character of odors produced. *A. nidulans* and *Cephalosporium*, for instance, produced fungal and musty odors on almost all the media tried, while *A. flavus* produced putrid odor on soybean, honey and oil, rotten like isobutyric acid on rice and a faint musty odor on starch.

Depending on the medium used, the molds were found to produce such non-specific odors as urinal, putrid, ammoniacal and others, which can be considered as an index of the degree of enzymic decomposition of medium. The lowest odor producing capability of molds was stated in the case of starch medium.

The odors produced by molds can be considered not only as a physiological characteristic feature of individual strains but also as metabolites produced by these organisms on definite media. The most common odors produced by molds on coarse wheat meal were musty and fungal (tabl. 6).

The physico-chemical analysis revealed substances responsible for musty and fungal odors in all the molds tested however. In concentrated distillates from molds grown on the coarse wheat meal, over 30 volatiles compounds were found yielding different odors. In the mixture, the presence was established of compounds exhibiting odors produced by molds, such as musty, musty-oily, fungal, fungal-resinous, floral, flowery, fruity, dextrinal, mashy and honey.

As shown by gas chromatography analysis of concentrated distillates from molds tested, their main metabolites are 1-octen-3-ol and 2-octen-1-ol. The ratio of these two compounds is different in different molds. In *A. ochraceus*, *P. citrinum* and *Cephalosporium*, for instance, 1-octen-3-ol is more abundant, whereas *A. flavus* and *A. parasiticus* are higher in 2-octen-1-ol. In low concentrations, 1-octen-3-ol exhibits a typical fungal odor and 2-octen-1-ol musty or musty-oily ones.

Some of the mold metabolites described in this paper were also detected in different foodstuffs by other authors, who didn't establish the origin of these compounds however. Relatively rich information has been presented first of all on 1-octen-3-ol (Honkanen, Karvonen and Virtanen, 1964; Wilkens and Lin, 1970). Buttery, Seifert and Ling (1970) proved 1-octen-3-ol to be the main volatile component in potatoes. The presence of 1-octen-3-ol was also stated in clover, in which it also makes the main volatile substance (Honkanen and Moisio, 1963). It was found besides as the main compound in mushroom *Agaricus bisporus* (Cronin and Ward, 1971). It was stated to occur in volatile fractions isolated from cranberries (Anjou and Sydow, 1967) and black currents (Anderson and Sydow, 1964).

There is scant information available on the other main mold metabolite, namely 2-octen-1-ol. This compound was detected in mushrooms (Cronin and Ward, 1971).

In cultivated white mushrooms, other volatile compounds were found, such as 3-methylbutanol, *n*-butanol, 3-octanone, *n*-hexanol, 3-octanol and benzaldehyde (Cronin and Ward, 1971). All the above volatiles were found in the molds examined in this laboratory.

The head space samples from the bacterial cultures grown on wheat coarse meal gave chromatograms with a higher number of peaks than did those from the mold cultures. The chromatogram of the concentrated distillate from *B. subtilis* contained as many as 38 peaks. Most of them corresponded to acid and putrid odors of different intensity. As mentioned above, some strains of *B. subtilis* and some of the genus *Pseudomonas* were evidenced to produce odors similar to musty and fusty ones. The peak of retention time 7 minutes occurred on the chromatograms of all the bacteria studied (fig. 6). The identification of the volatile compounds produced by bacteria will be dealt with in further studies.

CONCLUSIONS

The main odors produced by molds were fungal, fungal-resinous, musty, musty-oily, fruity, flowery, dextrinal and honey. The main odors produced by bacteria were acid of different intensity and putrid. Some strains of *B. subtilis* and of the genus *Pseudomonas* produced odors characteristic of molds, such as musty and fusty besides.

The compounds exhibiting odors typical of molds are 1-octen-3-ol yielding fungal odor and 2-octen-1-ol yielding musty-oily odor. These two compounds are the main volatiles produced by most molds.

No significant qualitative differences were stated in the volatile fraction produced by individual gena of the molds studied, quantitative differences being high however.

As compared with the odors produced by bacteria, the ones produced by molds appeared to be less dependent upon the strain, medium and age of the culture.

The appearance of foreign odors in cereal grains stored under different conditions depends on the development of the interior microflora.

As the typical odors are often being masked by other accompanying volatiles, organoleptic testing doesn't make a reliable and objective tool of evaluation of grain.

The head space method coupled with gas chromatography can serve as a reliable and objective method of detection of mold and bacterial volatiles in cereal grain.

RÉSUMÉ

RÔLE DE LA MICROFLORE DANS LA FORMATION DES ODEURS DANS LES GRAINS DE CÉRÉALES STOCKÉS

Dans cet exposé sont présentés les premiers résultats de travaux en cours visant à éclaircir le rôle joué par les micro-organismes dans la formation d'odeurs étrangères dans les céréales stockées.

Pour ces expériences, on a utilisé des grains de seigle, de blé, d'orge, d'avoine, de maïs et des graines de soja et de colza. On a également utilisé, comme milieu, certains composants du grain de blé, tels que le gluten, l'amidon ou la fraction lipidique du grain.

En ce qui concerne la formation d'odeurs dans les lots de grains subissant une conservation de longue durée, dans diverses conditions (de température et d'humidité) les expériences ont été limitées à des grains de blé tendre (*Triticum vulgare*) cultivé en Pologne.

Dans ces expériences, on a porté une attention particulière à la vitesse de pénétration dans les grains de micro-organismes appartenant à différents groupes, et on a étudié les variations

qualitatives de la composition de la microflore, en fonction des diverses conditions de stockage utilisées.

On a caractérisé les odeurs produites par 26 souches de moisissures et 14 souches de bactéries diverses, prédominantes dans ces différentes conditions.

Les odeurs produites par ces micro-organismes ont été analysées par des méthodes organoleptiques et la composition chimique des odeurs a été examinée par des méthodes physico-chimiques.

Les odeurs produites par des moisissures et des bactéries étudiées sur différentes céréales et différentes fractions du grain de blé ont été caractérisées et on a établi le rôle joué par des groupes individualisés de micro-organismes dans la formation de certaines odeurs dans les grains stockés.

ZUSAMMENFASSUNG

DER EINFLUSS DER MIKROFLORA AUF DIE GERÜCHEBILDUNG AUF DEM KORN WÄHREND SEINER VERWAHRUNG

Der Gegenstand des Referats sind die Ergebnisse der ersten Untersuchunsetappe, die auf die Erklärung der Rolle der Mikroflora im entstehen fremder Gerüche auf dem Korn abzielte.

Die Untersuchungen wurden auf Weizen, Roggen, Gerste, Hafer, Mais, Soja und Raps, sowie auch auf den Grundbestandteilen des Korns, wie Gluten, Stärke und Fett durchgeführt.

Der Einfluss der Mikroflora auf die Gerüchebildung im Laufe landjähriger Verwahrung des Kornes unter verschiedenen Bedingungen wurde lediglich auf dem inländischen Weichweizen (*Triticum vulgare*) untersucht.

In den mikrobiologischen Untersuchungen wurde auf die Durchdringungsgeschwindigkeit einzelner Gruppen der Mikroorganismen ins Korninnere besondere Aufmerksamkeit gerichtet, sowie auch auf die damit verbundenen Veränderungen in der qualitativen Anordnung der Mikroflora unter verschiedenen Bedingungen seiner Verwahrung.

Weiter wurden jene durch die 26 Schimmelarten und 14 Bakterienarten erzeugten Gerüche charakterisiert, die auf dem Korn unter bestimmten Lagerbedingungen dominierten.

Die durch diese Mikroorganismen erzeugten Gerüche wurden aus den Kulturen sensorisch bewertet, die auf dem Schrot der genannten Getreidearten aufgezogen wurden.

Die chemische Charakteristik dieser Gerüche wurde mit physikochemischen Methoden eingehend untersucht.

Neben der durchgeführten Charakteristik der Gerüche, die durch die untersuchten Schimmelpilze und Bakterien auf verschiedenen Getreidearten und Kornbestandteilen erzeugt wurden, wurde auch der Einfluss einzelner Gruppen der Mikroorganismen auf die Bildung fremder Gerüche im aufbewahrten Korn nachgewiesen.

REFERENCES

Anderson J., Sydow E., 1964. The aroma of black currants. *Acta Chem. Scand.*, **18**, 1105-1114.

Anjou E., Sydow E., 1967. The aroma of cranberries. *Acta Chem. Scand.*, **21**, 945-952 ; 2076-2082.

Buttery R. G., Seifert R. M., Ling L. C., 1970. Characterization of some volatile potato components. *J. agric. Food Chem.*, **18**, 538-539.

Collins R. D., Halim A. F., 1972. Characterization of the major aroma constituent of the fungus *Trichoderma viride* pers. *J. agric. Food Chem.*, **20**, 437-438.

Cronin D. A., Ward M. K., 1971. The characterization of some mushroom volatiles. *J. Sci. Food Agric.*, **22**, 477-479.

Dalton N. F., Strong D. H., 1967. Influence of micro-organisms on the flavor of selected precooked frezen foods. *J. Food Sci.*, **32**, 116-120.

Dennis C., Webster J., 1971. Antagonistic properties of species groups of *Trichoderma*. II. Production of volatile antibiotics. *Trans. Br. Mycol. Soc.*, **57**, 41-48.

Dougherty J. D., Cambell R. D., Morris R. L., 1966. Actinomycete : isolation and identification of agent responsible for musty odors. *Science*, (152), 1372-1373.

Franke W., Heinen W., 1958. Decomposition of fatty acids by molds. Formation of methylketones by molds. *Arch. Mikrobiol.*, **31**, 50-59.

Franke W., Matzeck A., Eichhorn G., 1962. Versuche zum weitern Umsatz der Methylketone. *Arch. Mikrobiol.*, **41**, 154-168.

Gehrik R. F., Knight S. G., 1961. Formation of 2-heptanone from caprylic acid by spores of various filamentous fungi. *Nature, London* (192), 1185.

Gerber N. N., Lechevalier H. A., 1965. Geosmin, an earthy-smelling substance isolated from *Actinomycetes*. *Appl. Microbiol.*, **13**, 935-938.

Gerber N. N., 1967. Geosmin, an earthy-smelling substance isolated from *Actinomycetes*. *Biotechn. Bioeng.*, **9**, 321-327.

Gerber N. N., 1968. Geosmin from microorganisms is *trans* 1, 10-dimethyl-*trans*-9-decalol. *Tetrahedron letters*, (3), 2971-2974.

Gerber N. N., 1969. A volatile metabolite of Actinomycetes, 2-methylisoborneol. *J. Antibiot.*, **22**, 508-509.

Gerber N. N., 1971. Sesquiterpenoids from Actinomycetes : Cadin-4-ene-1-ol. *Phytochem.*, **10**, 185.

Gerber N. N., 1972. Sesquiterpenoids from Actinomycetes. *Phytochem.*, **11**, 385-388.

Hoff J. E., Feit E. D., 1963. Functional group analysis in gas chromatography. *Anal. Chem.*, **35**, 1298-1299.

Honkanen E., Moisio T., 1963. On the occurence of oct-1-en-3-ol in clover plants. *Acta Chem. Scand.*, **17**, 588.

Honkanen E., Karvonen P., Virtanen A. J., 1964. Studies on the transfer of some flavor compounds to milk. *Acta Chem. Scand.*, **18**, 612-618.

Hutchinson S. A., 1971. Biological activity of volatile fungal metabolites. *Trans. Br. Mycol. Soc.*, **57**, 185-200.

Kamiński E., Libbey L. M., Stawicki S., Wasowicz E., 1972 *a*. Identification of the predominant volatile compounds produced by *Aspergillus flavus*. *Appl. Microbiol.*, (in press).

Kamiński E., Lis H., Wasowicz E., 1971. Preconcentration of volative carbonyl compounds from water solutions. *Chem. Analityczna*, **16**, 1325-1332.

Kamiński E., Stawicki S., 1972 *b*. The origin and characterization of mustiness in grain. *Final Techn. Report.*

Kamiński E., Wasowicz E., Przybylski R., 1972 *c*. Detection of the functional groups of volatile organic compounds by gas chromatography. *Chem. Analyticzna*, **17**, 1307-1320.

Kretowicz W. L., Prochorowa A. F., 1960. Biochemical characterization of grain showing various odors. *Biochimija zierna*, **6**, 305-324.

Kubeczka K. H., 1968. Vergleichende Untersuchungen zur Biogenese flüchtiger Produkte des Sekundärstoff wechsels. II. Untersuchungen an Schimmelpilzen. *Arch. Mikrobiol.*, **60**, 139-159.

Mann S., 1966. The odorous substance of *Pseudomonas aeruginosa*. *Arch. Mikrobiol.*, **54**, 184-190.

Peterson A. C., Gunderson M. F., 1960. Role of psychrophilic bacteria in frozen food spoilage. *Food Technol.*, **14**, 413.

Redd M. C., Lindsay R. C., Bills D. D., Libbey M. L., 1968. Ester production by *Pseudomonas fragi*. Identification and quantification of some esters produced in milk cultures. *J. Dairy Sci.*, **51**, 656-659.

Robinson P. M., Park D., 1966. Volatile inhibitors of spore germination produced by fungi. *Trans. Br. Mycol. Soc.*, **49**, 639-649.

Sheldon R. N., Lindsay R. C., Libbey L. M., Morgan M. E., 1971. Chemical nature of malty flavor and aroma produced by *Streptococcus lactis* var. *maltigenes*. *Appl. Microbiol.*, **22**, 263-266.

Smith J. L., Alford J. A., 1968. Action of microorganisms on the peroxides and carbonyls of rancid fat. *J. Food Sci.*, **33**, 93-97.

Specher E., 1964. Die enzymatische Veränderung des ausgeschiedenen Methylheptenons. *Arch. Mikrobiol.*, **48**, 401-413.

Wilkens W. F., Lin F. M., 1970. Volatile flavor components of deep fat-fried soybeans. *J. agric. Food Chem.*, **18**, 337-339.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (3), 477-481.

DICHLORVOS AS AN INHIBITOR OF AFLATOXIN PRODUCTION IN WHEAT, CORN, RICE AND PEANUTS

H. R. GUNDU RAO and P. K. HAREIN

Department of Pediatrics,
Department of Entomology, Fisheries and Wildlife,
University of Minnesota, Saint-Paul, Minnesota (U. S. A.)

SUMMARY

Wheat, corn, rice and peanuts were treated with various amounts of dichlorvos either before or after inoculations with *Aspergillus flavus*. Dichlorvos at an intended deposit of 20 p.p.m. on wheat before inoculation prevented aflatoxin production. Aflatoxin production was greater when the dosage of dichlorvos was reduced below 20 p.p.m., the treatment followed inoculation rather than before inoculation or the substrate was either corn, rice or peanuts instead of wheat.

Aflatoxins, as well as other metabolites produced by fungi, can be important contaminants of food and feeds as some exhibit carcinogenic characteristics (Lillehoj, Ciegler and Detroy, 1970). According to Dollear (1969), various methods that have been studied to detoxify aflatoxin contaminated products involved physical separation, heat, solvent extractions, radiation and micro-organisms. None were entirely satisfactory. Other researchers have directed their efforts to prevent or inhibit aflatoxin production.

The fumigants ethylene oxide, methyl bromide, sulfur dioxide, and mixtures of ethylene dibromide with methyl bromide reportedly inhibit mold proliferation and the subsequent production of mycotoxin (Majumder, Narasimhan and Parpia, 1964; Narasimhan and Rangaswani, 1968; Raghunathan, Muthu and Majumder, 1969). Davis and Diener (1967) conducted studies on the inhibition of aflatoxin production by *p*-aminobenzoic acid, potassium sulfite and potassium fluoride. *p*-aminobenzoic acid inhibited aflatoxin production at all concentrations used and at the highest concentration, inhibited growth of the fungus as well. Potassium sulfite inhibited aflatoxin production without an apparent effect on the

growth of the fungus. Potassium fluoride, at the highest concentration tested, inhibited both aflatoxin production and growth.

Altering the atmospheric gases has also been effective in reducing aflatoxin formation (LANDERS, DAVIS and DIENER, 1967). When the CO_2 concentration was increased to 20 p. 100, aflatoxin formation was reduced 75 p. 100. Neither fungal growth nor aflatoxin production was noted in 100 p. 100 CO_2.

The organophosphate insecticide dichlorvos (2.2-dichlorovinyl dimethyl phosphate) has shown promise as a protectant for harvested grain against the infestation of various species of stored-product insects (STRONG and SBUR, 1961, 1964 *a*, *b*; KIRKPATRICK, HAREIN and COOPER, 1968). Any potential dichlorvos might have for inhibiting mycotoxin production at dosages required for insect control would enhance its usefulness for maintaining the quality of stored grain and cereal products. Subsequently an experiment was conducted to ascertain this possibility.

MATERIALS AND METHODS

The fungus *Aspergillus flavus* NRRL-2999 was cultured on kernels of corn, wheat, rice and shelled peanuts. Each, except peanuts, was tempered to 20 $\pm$ 0.2 p. 100 moisture prior to use. The moisture content of the peanuts was 17.3 p. 100. All commodities were then autoclaved 30 mn at 120°C, shaken to prevent caking and, in 24 h, reautoclaved for 60 mn.

Dichlorvos was diluted with water so that the desired residue was deposited with a 1 ml application into a 3.79 liter jar above the level of the commodity. Immediately after the dichlorvos was dispensed, each jar was closed with a metal lid and rotated 15 mn. Both the treated and untreated check commodities were then transferred to separate sterile erlenmeyer flasks in lots of 100 g each. These prepared substrates were each inoculated with 0.1 g of a presoaked soil culture of the *A. flavus*, incubated 7 days at 27°C and 70 p. 100 RH. The aflatoxins were extracted, purified and measured quantitatively according to a method described by PONS (1969) and modified in 1970 (PONS, personal communication). Subsequent experiments with wheat were conducted as described above but were designed to determine if the amount of dichlorvos deposited or the time of deposition in regards to inoculation would alter the production of aflatoxin.

RESULTS AND DISCUSSION

As noted in table 1, aflatoxin production was prevented in wheat and inhibited in corn and peanuts with 20 p.p.m. of dichlorvos applied before inoculation with *A. flavus*. Measurable quantities of aflatoxin were produced on two of the rice samples despite the dichlorvos residue but production was reduced compared to the untreated checks. The untreated check samples of rice, corn, wheat and peanuts had an average of 63-89-95 and 280 p.p.m. of aflatoxin, respectively.

Results on the effect of different concentrations of dichlorvos on the production of aflatoxin in wheat are presented in table 2. Dichlorvos deposits of 5 and

TABLE 1

Concentration of aflatoxin in commodities receiving intended dichlorvos deposits of 0 and 20 p.p.m. and then inoculated with Aspergillus flavus *NRRL-2999*

Intended treatment	Group	Aflatoxin concentration (p.p.m.) in			
		Rice	Corn	Wheat	Peanuts
Dichlorvos (20 p.p.m.)	1	14.9	+ (1)	0	+
	2	11.2	+	0	+
	3	+	+	0	+
None (0 p.p.m.)	1	40.2	75.6	57.5	220.4
	2	114.5	113.0	113.0	243.3
	3	33.7	77.8	115.0	376.2

(1) Presence confirmed by thin-layer chromatography but not measurable by UV spectrophotometry.

TABLE 2

Concentration of aflatoxin in wheat receiving different dichlorvos deposits and inoculated with Aspergillus flavus *NRRL-2999*

Intended dichlorvos deposit in wheat (p.p.m.)	Group	Aflatoxin concentration (p.p.m.)
5	1	92.3
5	2	76.3
5	3	29.9
10	1	113.0
10	2	33.6
10	3	38.1
20	1	+ (1)
20	2	+
20	2	+
0 (check)	1	113.0
0 (check)	2	92.3
0 (check)	3	114.0

(1) Presence confirmed by thin-layer chromatography but not measurable by UV spectrophotometry.

10 p.p.m. allowed an average aflatoxin production of 66.2 and 61.5 p.p.m., respectively, both being significantly less than the 106.4 p.p.m. average produced in the untreated check. A dichlorvos residue of 20 p.p.m. allowed detectable levels of aflatoxin but they were too low for quantitative analysis by UV spectrophotometry.

Depositing 20 p.p.m. dichlorvos to aflatoxin-free wheat inoculated 2 days earlier prevented an aflatoxin accumulation above 22.7 p.p.m. after an additional 5-day incubation period (tabl 3). Likewise dichlorvos deposited on wheat with

TABLE 3

Concentration of aflatoxin in wheat treated with dichlorvos following inoculation with Aspergillus flavus *NRRL-2999*

Dichlorvos treatment following inoculation		Aflatoxin (p.p.m.) in wheat after 7-day incubation		
Days	Intended deposit (p.p.m.)	Group 1	Group 2	Group 3
0	0 (check)	76.3	92.3	113.0
2 (1)	20	10	0	22.7
4 (1)	20	10	26.3	33.9

(1) No aflatoxin in untreated check when dichlorvos was applied.
(2) Aflatoxin in untreated check avg 29.3 p.p.m. when dichlorvos was applied.

an aflatoxin concentration of 29.3 p.p.m. 4 days after inoculation prevented the aflatoxin from increasing to a concentration above 33.9 p.p.m. after an additional 3-day incubation period. Aflatoxin concentrations in the dichlorvos-free wheat (0-check) averaged 0 — 29.3 and 93.8 p.p.m. after incubation periods of 2 — 4 and 7 days, respectively.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors acknowledge the laboratory facilities and guidance provided by Dr. C. J. Mirocha in conducting this research.

RÉSUMÉ

LE DICHLORVOS COMME INHIBITEUR DE LA PRODUCTION D'AFLATOXINE DANS LE BLÉ, LE MAÏS, LE RIZ ET L'ARACHIDE

Des échantillons de blé, de maïs, de riz et d'arachides sont traités avec différentes quantités de Dichlorvos, soit avant, soit après inoculation d'*Aspergillus flavus*.

Une dose de 20 p.p.m. de Dichlorvos incorporée à du blé avant inoculation prévient toute production d'aflatoxine.

La production d'aflatoxine est plus importante lorsque la dose utilisée est inférieure à 20 p.p.m. d'une part, et d'autre part lorsque le traitement est effectué après inoculation.

Par ailleurs, cette production est plus forte dans le cas du maïs, du riz ou des arachides que dans le cas du blé.

ZUSAMMENFASSUNG

DAS DICHLORVOS ALS HEMMSTOFF DER AFLATOXINBILDUNG IN WEIZEN, MAIS, REIS UND ERDNÜSSEN

Weizen-, Mais-, Reis- und Erdnussproben werden mit Dichlorvos unterschiedlicher Dosierung vor oder nach der Infizierung mit *Aspergillus flavus* behandelt.

Eine dem Weizen vor der Inokulation beigemengte Dosis von 20 p.p.m. (Teile pro Million) Dichlorvos hemmt die Aflatoxinproduktion. Die Porduktion von Aflatoxin steigt wenn die Dichlorvos-Dosis unter 20 p.p.m. herabgesetzt wird und wenn die Behandlung nach der Inokulation erfolgt. Darüberhinaus ist die Aflatoxin-Produktion stärker bei Mais, Reis und Erdnüssen als bei Weizen.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Davis N. D., Diener U. L., 1967. Inhibition of aflatoxin synthesis by *p*-aminobenzoic acid, potassium sulfite and potassium fluoride. *Appl. Microbiol.*, **15** (6), 1517-1518.

Dollear F. G., 1969. Detoxification of aflatoxins in food and feeds. In Goldblatt L. A., *Aflatoxin*, 359-391. Academic Press, New York.

Kirkpatrick R. L., Harein P. K., Cooper C. V., 1968. Laboratory tests with dichlorvos applied as a wheat protectant against rice weevils. *J. Econ. Entomol.*, **61** (2), 35-68.

Landers K. E., Davis N. D., Diener U. L., 1967. Influence of atmospheric gases on aflatoxin production by *Aspergillus flavus* in peanuts. *Phytopathology*, **57** (10), 1086-1090.

Lillehoj E. B., Ciegler A. and Detroy R. W., 1970. Fungal toxins. In Blood F. R., *Essays in Toxicology*, **2**, 2-106. Academic Press, New York.

Majumder S. K., Narasimhan K. S., Parpia H. A. B., 1964. Micro-ecological factors of microbial spoilage and the occurence of mycotoxins on stored grains. In Wogan G. N., *Mycotoxins in Foodstuffs*, 27-47. M. I. T. Press, Cambridge, Mass.

Narasimhan K. S., Rangaswami G., 1968. Effect of some fumigants on the microflora of sorghum seeds. *Ind. Phytopath. Soc. Bull.*, (4), 57-64.

Pons W. A. Jr., 1969. Collaborative study on the determination of aflatoxins in cotton seed products. *J. Assoc. off. anal. Chem.*, **52** (1), 61-72.

Raghunathan A. N., Muthu M., Majumder S. K., 1969. Control of internal fungi of sorghum by fumigation. *J. stor. Prod. Res.*, **5** (4), 389-392.

Strong R. G., Sbur D. E., 1961. Evaluation of insecticides as protectants against pests of stored grain and seeds. *J. Econ. Entomol.*, **54** (2), 235-238.

Strong R. G., Sbur D. E., 1964 *a*. Influence of grain moisture and storage temperature on the effectiveness of five insecticides as grain protectants. *J. Econ. Entomol.*, **57** (1), 44-47.

Strong R. G., Sbur D. E., 1964 *b*. Protective sprays against internal infestations of grain beetles in wheat. *J. Econ. Entomol.*, **57** (4), 544-548.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (3), 483-492.

CONTROL OF MICROFLORA ON MOIST GRAIN

S. K. MAJUMDER, A. N. RAGUNATHAN and J. R. RANGASWAMY

Central Food technological Research Institute, Mysore (India)

SUMMARY

In tropical and sub-tropical countries, thermal gradient predisposes to moisture condensation in metal structures. The internal infestation in grains also develops high microclimate relative humidity inside the kernel. Evidence has been obtained that the stored products insects could carry external and internal fungi. The degree of biodeterioration brought out by insects and moulds has been measured by a new reaction complex with the BENEDICT's reagent. Similar changes also occur in underground stored grains. The microorganisms of toxigenic types have been encountered on samples drawn from the high moisture pockets.

Techniques have been evolved for the preservation of wet harvested grains prior to storage and the control of bio-deterioration in the storage structures. The studies have shown that gaseous sterilisation with sporicidal fumigants, protective treatment with, such as, fungicides of low mammalian toxicity, organic acids, dithiocarbamate and sorptive minerals equilibrated with the sporicidal fumigants can be used as the curative measures.

A dehydro-bin operating on the principles of moisture migration and the convection current have been designed for removal of condensed moisture with structures of high thermal conductivity, thus using the disadvantages of the tropical countries to the advantage of the preservation of grain quality in metal structures exposed to diurnal temperature changes.

INTRODUCTION

Food grains are biological entities (Mc MASTERS, 1969). The degradation of the kernels or cotyledons occurs mostly due to the activities of insects, fungi and moisture. Their activities bring about physical and biochemical changes. Histological and biochemical parameters indicate incipient changes in the kernels during storage. Index of deterioration based on moisture, uric acid, glutamic acid, kernel damage, carbon dioxide production, insect fragment count, microbial counts, tetrazolium reaction and related criteria have been proposed from time to time (HARRIS, 1946 ; CHRISTENSEN and LINKO, 1963 ; HARRIS, NICHOLSON and YAKOWITZ, 1969). Organoleptic and other visual qualities are employed for grading and marketing. Weight/volume ratios and changes in total weight are deceptive criteria which do

not offer true status with respect to soundness of grain and nutritive qualities (HOWE, 1965).

Basic information on the toxicological and nutritional impairment in relation to the deteriorative changes are yet to be obtained. There is a significant relationship between the physical criteria and biochemical changes occuring in grain, e.g. : moisture can be correlated with free fatty acid, fungi and apparent uric acid. Kernel damage has positive correlation with the insect count, fragment count and true uric acid. The results have indicated that a high correlation exists between fungi and apparent uric acid like substances which give positive reaction with BENEDICT's reagents and produce coloured reaction complexes (PARVATHAPPA *et al.*, 1970).

TABLE

Correlation coefficient between associated factors

Relationship between		Correlation cœfficient r
X	Y	
Moisture	Free fatty acids	0.202**
Moisture	Fungi	0.170*
Moisture	Total uric acid	0.339
Moisture	Apparent uric acid	0.240**
Moisture	True uric acid	0.129
Fungi	Free fatty acids	0.254**
Fungi	Total uric acid	0.317***
Fungi	Apparent uric acid	0.904***
Fungi	True uric acid	0.069
Insect count	Kernel damage	0.549***
Insect count	Total uric acid	0.127
Kernel damage	Total uric acid	0.489***
Total uric acid	Apparent uric acid	0.893**

Other pairs did not show any positive correlationship :
* 5 p. 100 significant.
** 1 p. 100 significant.
*** 0,1 p. 100 significant.

The index of loss as attributed to the weight loss has been found to be extremely deceptive. Since the equilibrium moisture content of a grain bulk changes with the degree of deterioration and most often characterised by increase in the sorption capacity for moisture, the dry matter loss is not accounted for, as it is compensated by moisture uptake from the atmosphere. The deteriorated grain, therefore, may not show enough reduction in total weight though it may loose in dry matter.

Nutritional characteristics and biochemical criteria such as amino acid compositions, free fatty acids, glutamic acid contents and nutritive value, though are objective criteria, but difficult to adopt in practice (VENKATARAO *et al.*, 1960 ; CHRISTENSEN and LINKO, 1963 ; HOWE, 1965 ; CHRISTENSEN *et al.*, 1969). Insect, mould and moisture while acting on the grain as substrate bring about many changes which could be measured by physical and chemical procedures. Insect count including life stages, insect fragment count, mould count, can offer indices of the population status

of the spoiling agents. Since insects are uricotelic, they produce crystalline uric acid on the grain as they multiply. There are additional side effects of insect activity and they are due to the changes in the kernel. They bring about qualitative and quantitative changes in the carbohydrates, proteins, amino acids, fatty acids, vitamins. Still it has not been possible to measure those subtle changes and adopt as quantitative criteria.

Rice, wheat, sorghum, maize, groundnut and other grains carry epiphytic and endophytic microflora by the time they are harvested (tabl. 1 and 2). Incidences

TABLE I

Fungi isolated from grains

Rice	Paddy	Jowar	Wheat	Groundnut
Actinomucor repens		*Actinomucor* sp.		
Mucor geophilus				
Rhizopus oryzae	*Mucor* sp.	*Mucor* sp.	*Mucor* sp.	
Syncephalastrum racemosum		*Rhizopus* sp.	*Rhizopus oryzae*	
		Mortiella sp.		
	Chaetomium globosum			*Aspergillus flavus*
Aspergillus awamori	*Aspergillus niger*	*Aspergillus sydowi*	*Aspergillus ochraceus*	*A. niger*
A. candidus	*A. nidulans*			*A. terreus*
A. flavipes	*A. fumigatus*	*A. wentii*	*A. versicolor*	*A. ustus*
A. flavus	*A. terreus*	*A. tamarii*	*A. niger*	
A. niger	*A. sydowi*	*A. flavus*	*A. sydowi*	
A. sydowi	*A. ustus*	*A. ustus*	*A. flavus*	
A. ustus	*A. versicolor*	*A. versicolor*	*A. candidus*	
A. versicolor		*A. niger*	*A. terreus*	
A. ruber		*A. restrictus*	*A. ustus*	
A. flavus var. *columnaris*		*A. janus*	*A. oryzae*	
		A. flavipes	*A. nidulans*	
A. terreus		*A. ochraceus*	*A. wentii*	
A. fumigatus		*A. fumigatus*	*A. flavipes*	
A. glaucus gr.		*A. nidulans*		
A. nidulans		*A. ruber*		*Penicillium purpurogenum*
A. tamari		*A. terreus*		
		A. fischeri		
Penicillium citrinum		*A. oryzae*	*Penicillium citrinum*	*P. rugulosum*
P. coryophilum		*A. glaucus gr.*		
P. roseo-purpureum		*A. ornatus*	*P. coryophilum*	*P. spiculisporum*
P. decumbens		*Penicillium coryophilum*		
P. islandicum			*P. islandicum*	*P. variabile*
		P. tardum		
		P. islandicum		
Fusarium sp.	*Fusarium* sp.	*P. waksmanii*	*Fusarium* sp.	*Curvularia geniculata*
	Alternaria sp.	*Fusarium* sp.	*Alternaria* sp.	
	Curvularia sp.	*Alternaria* sp.		*C. curtipes*
	Helminthosporium sp.	*Curvuleria* sp.		
	Stemphylium sp.	*Helminthosporium* sp.		
Botrytis sp.			*Botrytis* sp.	
		Mycogone sp.	*Amblyosporium* sp.	
		Verticillium sp.		
Trichothenium roseum	*Trichothecium roseum*	*Trichothecium roseum*	*Cladosporium* sp.	*Trichoderma koningi*
Nigrospora sp.			*Scopulariopsis brevicaulis*	

TABLE 2

Fungal species isolated from storage insects

Insect screened	Fungi isolated
Sitophilus oryzae L.	*A. flavus, A. candidus, A. ochroaceus, A. fumigatus, A. terreus, A. parasiticus, A. restrictus, A. terricola, A. ustus, A. versicolor, A. sydowi, A. ruber, A. chevalieri, A. niger, P. rugulosum, Amblyosporium cladosporium* sp.
Tribolium castaneum HERBST.	*A. flavus, A. candidus, P. islandicum, A. versicolor, A. niger, A. ruber, A. chevalieri.*
Trogoderma granaria EVRTS.	*A. flavus, A. candidus, P. islandicum, A. ruber, A. glaucus* gr., *A. niger, A. sydowi, A. versicolor, P. restrictum.*
Bruchus chinensis LINN	*A. flavus, A. candidus, A. sydowi, A. ruber, A. glaucus* gr.
Oryzaephilus surinamensis LINN	*A. flavus, A. ochraceus, A. restrictus, A. glaucus* gr., *A. terreus, P. decumbens, Cladosporium* sp.
Stegobium paneceum LINN	*A. candidus, A. glaucus* gr.
Rhizoperth dominica FAB.	*A. candidus, A. ochraceus, A. niger, A. glaucus* gr.
Araecerus fasciculatus	*A. flavus, A. candidus, A. niger, A. glaucus* gr.
Corcyra cephalonica STAINT	*A. flavus, A. candidus, A. ochraceus, A. sydowi, A. ruber, A. niger, A. restrictus, A. versicolor, P. spinulosum, P. corylophilum, Nigrospora* sp.
Ephestia cautella WALKER	*A. flavus, A. candidus, A. niger, A. glaucus* gr., *A. terreus, A. ruber, A. versicolor.*

of mycotoxins are associated with the type of microflora growing on them (MAJUMDER, NARASIMHAN and PARPIA, 1964). Although, at moisture contents beyond 9 p. 100 in oilseeds and 12 p. 100 in cereals are conducive to the growths of fungi and elaboration of mycotoxins at normal tropical temperatures, report are available on the production of mycotoxins even at temperatures below 5°C (GILGAN, SMALLEY and STRONG, 1966).

In Sudanian zone where the atmospheric relative humidity is very low and the peanut is dried easily below the critical moisture level even in these areas the infection by *Aspergillus flavus*, in the preharvest period, has been found to be related to the activities of soil Arthropods (MAJUMBER, 1971). Carrying of fungal inoculum by field insects in the preharvest period and distribution of inoculum by stored-product insects may be responsible for the presence of many toxin producing fungi in grains.

During storage in the rural and urban structures, the moisture migration occurs to different degrees depending on the thermal gradient created within the bulk as a result of ambient temperature fluctuations (OXLEY, 1948 ; MAJUMDER, NARASIMHAN and PARPIA, 1964 ; MAJUMDER, 1970). Moisture condensation due to reaching of dew point on contact with the cold periphery of the metal structures initiates mould activity. Insect activity in dry grain also results in moist microclimate within the infested kernel or within the cotyledons. The natural inoculum carried by the stored-product insects and also epiphytic and endophytic microflora present on and in the

kernels grow rapidly in these infested kernels. This sparks off temperature difference within the bulk. Further moisture migration due to temperature gradient generated by differential bioenergetics can therefore occur. These are responsible for the problems of microbial deterioration and elaboration of mycotoxins.

CONTROL MEASURES

Pre-harvest disinfection and prophylactic application of chemical protectants such as captan, thiram, zineb, propionic acid and acetic acid, as emulsifiable concentrates and solutions, prior to harvest in the wet grains have been found to reduce incidence of fungal contamination of grains. This spraying operation if carried out during the milky and post-milky stages, it prevents internal infection (MAJUMDER, 1969). After harvesting of the crop, drying by natural or artificial processes makes the kernel resistant to further fungal infection. But in many cases sun drying may not be rapid due to inclement weather. In such cases resorting to mechanical drying become imperative. Although mechanical driers are being developed and utilised progressively, but availability in all parts of the country is still remote. Therefore, a combination of chemical disinfection along with natural sun drying can offer promise for wide applicability. Chemical disinfection is possible with fumigants and organic acids prior to sun drying (tabl. 3). Moisture of the wet grain is used as the catalyst for *in situ* generation of SO_2 or Cl_2 or NH_3 from their inorganic reaction mixtures. (MAJUMDER, NARASIMHAN and PARRIA, 1964). The reaction mixtures such as ammonium sulphate and lime, sodium metabisulphite and stable bleaching powder have been employed for evolving ammonia, sulphur dioxide and chlorine respectively. Many fumigants can act as gaseous sterilents (tabl. 4).

Field trials on this technique has found to be quite effective (fig. 1).

The development of dehydro-bin is an attempt to avoid the adverse temperature changes due to high thermal conductivity of the metal structures. Instead of allowing the convection current and precipitation of the condensed moisture on the grain, the condensates are drained out (fig. 2). Provision of a channel at the rim of the structure with a dome or dished cover have not only the possibility to remove the condensed moisture but also reduces the need of frequent aeration of the bulk grain in a metal silo. This finding needs commercial trials using 100-500 tonnes of grain in the metal bins.

During bag storage in rainy and humid season, the moisture pick-up by the stored grain often attains beyond the safe moisture level. It is during dry weather the grain looses moisture. Therefore, when the weather is dry, by adopting ballooning technique further prevention of moisture ingress and absorption by the grain during the wet months is possible (MAJUMBER, NARASIMHAN and PARPIA, 1964). The technique consists of placing 250 gauge of polythelene on the floor using a treated gunny cloth dunnage and enveloping the whole stack with another 250 gauge polythelene sheet and sealing the seams under two reapers and clamping the folded sheets. Finally the plastic envelope is made rodent-proof by the application of a rodent repellent spray (MAJUMDER, 1961). Partial sterilisation with respect to insect and harmful moulds are also carried out in the balloon structure whenever needed. Commercial trials of ballooning technique have been promising (fig. 3).

TABLE 3

Effectiveness of organic acids

Dosage (*w/v*) p. 100	Acetic acid			Propionic acid		
	Mould growth visible (No. of days)	Fungi T × 10^2	Species	Mould growth (No. of days)	Fungi T × 10^2	Species
a) *Grain moisture = 15-16 p. 100*						
0.025	++ (9)	—	—	++ (10)	—	—
0.05	++ (15)	—	—	++ (14)	—	—
0.10	(60)	45	*A. glaucus* *A. flavus* *Penicillium* sp.	— (60)	1	*A. candidus*
Control	++ (6)	1 200	*A. candidus* *A. flavus, etc.*	++ (6)	12 000	*A. flavus* *A. candidus*, etc.
b) *Grain moisture = 17-18 p. 100*						
0.10	++ (4)	—	—	++ (13)	—	—
0.15	++ (21)	—	—	++ (23)	—	—
0.20	(60)	0	α	— (70)	1	*Fusarium* sp.
Control	++ (4)	full	*A. candidus* *A. flavus* *A. niger*, etc.	++ (4)	—	*A. candidus* *A. flavus* *A. niger*, etc.

\+ Visual growth.

— Not carried out medium Czapek's agar.

α : Of the two duplicates, one sample showed only 80 p. 100 inhibition of *A. candidus*, while the other sample showed 100 p. 100 inhibition.

TABLE 4

Effect of gaseous sterilents on the internal mycoflora of sorghum

Sorghum moisture 13.5 p. 100, Exposure = 72 hrs, 25 ± 1°C

Fumigant (64 mg/l)	p. 100 grains free from mould	Fumigant (64 mg/l)	p. 100 grains free from mould
Ammonia	72	Crotyl bromide	90
Chlorine	44	Acetonitrile	64
Sulphur dioxide	85	Ethyl acetate	50
Phosphine	12	Methyl chloride	62
Hydrogen cyanide	90	Methyl bromide	88
Carbon disulphide	24	Methyl iodide	100
Methyl allyl chloride	60	Chloropicrin	67
Methyl formate	54	Betapropiolactone	91
Ethyl formate	76	Formaldehyde	98
Ethylene oxide + carbon dioxide	91	Ethylene oxide + methyl bromide (1 : 1)	100
Ethylene dibromide	34	Ethylene dibromide + methyl bromide + ethylene oxide (1 : 1 : 1)	100
Chloroform	10	Methyl bromide + ethylene dibromide (1 : 1)	90
Trichloroethylene	62	Phosphine + ammonia (1 : 1 : 5)	73
Carbon tetrachloride	23		
Tribromopropane	96		

FIG. 1. — *Post-harvest gaseous disinfection of moist grain*

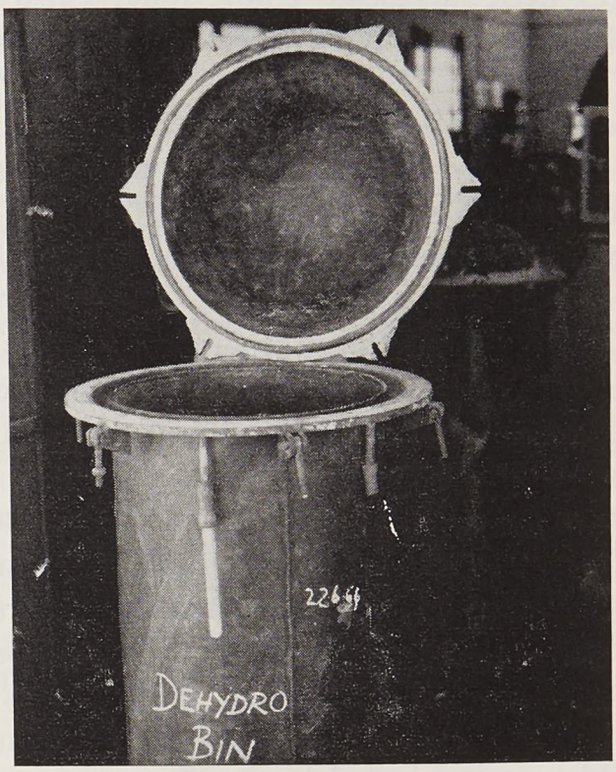


FIG. 2. — *Dehydro bin showing arrangement for draining condensed moisture from metal bin*

FIG. 3. — *Ballooning technique showing the sealing of balloon structure*

The field of gaseous sterilisation and pasteurisation is a developing one with enormous possibilities for application in the post-harvest handling of foodgrains. Most of the fumigants are shown to possess fungicidal or fungistatic properties (MAJUMBER, 1970). The application of gaseous disinfection needs simplification in the handling techniques and safety in their application at the farm. The formulation like the fumigant emulsion, fumigant gel, encapsulated fumigant, solid reaction mixtures for evolving gases and fumigant sorbed on solid carriers are some of the promising products which have practical applications under farm post-harvest handling conditions (MAJUMDER, 1970). Chloropicrin, ethyl formate, NH_3-PH_3 (1.5 : 1 w/w) mixture and formulations of propylene glycol, ethylene oxide, methyl iodide, methyl bromide and ethylene dibromide and their mixtures have been found to be effective in the treatment in wet grains and groundnut pods. Regulated release of fumigant from encapsulated products, emulsions, gels, fumigant sorbed solid and solide reaction mixtures need largescale trials under rural conditions in tropical countries. The technology of these have already been standardised (MAJUMDER, 1970).

In addition to the control of microflora and also the mycotoxins by gaseous pasteurization, the possibilities of detoxification of the toxicant, decolourization or bleaching of discoloured products and improvement of organoleptic quality of rancid materials are adventitious utilities of gaseous sterilisation technique (GOLDBLAT, 1969; MAJUMDER, 1970).

There is no doubt that gaseous sterilisation commodities by spot inpackage and multiple fumigation techniques can easily be achieved but some of the basic information needed on the residues and toxicological aspects are still not adequate. Some of the examples are given below.

Ethylene oxide forms chlorohydrins, phosphine forms non-phosphine residues such as hypophosphite, pyrophosphates and some unknown reaction products, beta-propiolactone, crotyl bromide and formaldehyde denature proteins, NH_3 reacts with rancid fat and improves taste and HCN with lavulose forms highly toxic cynohydrins (MAJUMDER, 1961 ; MONRO, 1969). ROBINSON's recent study on non-volatile phosphorus residues as obtained by neutron activation analysis of pure filter paper exposed to phosphine gas generated *in situ* (ROBINSON, 1972) and other reports on irreversible sorption of PH_3 on grains have opened new questions on the toxicological implications of phosphine as a fumigant (MUTHU and MAJUMDER, 1971; ROBINSON, 1972). During the last several years MB, EDB and their residues have been investigated in greater detail (WINTERINGHAM, BRIDGES and BRIDGES, 1955; LINDGREN, SINCLAIR and VINCENT, 1968) with respect to terminal residues and their toxicological implication while such information on other fumigants are still lacking (MAJUMDER *et al.*, 1965).

However, with the present knowledge there does not appear to be a great risk in using ammonia, chlorine, sulphur dioxide, chloropicrin, ethyl formate as gaseous disinfectants. In future, use of propionic acid, acetic acid, methyl iodide, ethylene oxide-methyl bromide-ethylene dibromide (ETO—MB—EDB) in combination may open up vast application of gaseous pasteurisation with respect to the harmful organism as a technique in post-harvest technology.

ACKNOWLEDGEMENT

Authors are indebted to Dr H. A. B. Parpia and Dr B. L. Amla, for their encouragement and providing facilities at this Institute for the research work reviewed in this paper.

RÉSUMÉ

CONTRÔLE DE LA MICROFLORE DES GRAINS HUMIDES

Dans les régions tropicales et subtropicales, les variations de température favorisent les phénomènes de condensation d'eau dans les silos métalliques. La flore interne des grains contribue également à l'établissement d'humidités relatives importantes à l'intérieur des amandes. On montre que les insectes présents dans les produits stockés peuvent être porteurs de moisissures internes et externes.

Le degré de biodétérioration provoqué par les insectes et les moisissures est mesuré par une nouvelle méthode utilisant le réactif de Benedict. Des modifications analogues se produisent également dans les grains stockés en silos souterrains.

Les micro-organismes toxinogènes sont trouvés dans des échantillons provenant de cellules à haute humidité relative.

Différentes techniques ont été élaborées en vue de la préservation, avant stockage, des grains récoltés humides, ainsi que du contrôle du niveau de biodétérioration dans les locaux de stockage.

Les expériences montrent que des procédés tels que les stérilisations gazeuses par fumigants sporicides, les traitements protecteurs utilisant des produits tels que les fongicides à faible toxicité pour les mammifères, les acides organiques, du dithiocarbamate et des minéraux adsorbants en équilibre avec les fumigants sporicides, peuvent être utilisés comme moyens curatifs. Une cellule de séchage mettant en œuvre les principes de la migration de l'eau et des courants de convection a été conçue pour éliminer l'eau condensée dans les silos à haute conductivité thermique, permettant ainsi de tirer parti des inconvénients climatiques inhérents aux régions tropicales, au profit de la conservation des qualités des grains stockés en silos métalliques exposés aux variations journalières de température.

ZUSAMMENFASSUNG

KONTROLLE DER MIKROFLORA BEI FEUCHTEM KORN

In den tropischen und subtropischen Gebieten begünstigen die Temperaturschwankungen die Kondenswasserbildung in Metallbauten. Die innere Kornflora trägt auch zur Bildung von beträchtlichen Mengen relativer Feuchtigkeit im Korninneren bei.

Man konnte feststellen, dass die im gelagerten Gut anwesenden Insekte zur Verbreitung der inneren und äusseren Schimmel beitragen. Der durch Insekte und Schimmel hervorgerufene Bio-Verschlechterungsgrad wird durch ein neues Verfahren mit Hilfe des Benedict-Reagents gemessen. Ähnliche Veränderungen wurden auch bei unter der Erde gelagerten Körnern beobachtet. In Proben, die aus Silostellen mit hoher Feuchte stammen, werden Gifterzeugende Mikroorganismen festgestellt.

Es werden verschiedene Verfahren zur Konservierung feucht geernteter Körner vor der Lagerung entwickelt, sowie auch die Kontrolle des Bio-Verschlechterungsgrades während der Lagerung. Forschungen haben nachgewiesen, dass verschiedene Verfahren als Heilmittel angewandt werden können : die Gassterilisierung mit sporentötenden Begasungsmitteln, Schutzbehandlung mit Fungizidmitteln leichter Giftigkeit für Säugetiere, organische Säuren, und andere. Eine auf das Wasserwanderprinzip und die Wärmestörung gegründete Trockenzelle

wurde zur Beseitigung des Kondenswassers in Silos hoher Wärmeleitfähigkeit entwickelt. Auf diese Weise kann den Klimanachteilen der tropischen Gebiete abgeholfen werden, und die Qualität des in Metallbauten gelagerten Getreide unter Mithilfe der täglichen Temperaturänderungen konserviert werden.

REFERENCES

Christensen C. M., Linko P., 1963. *Cereal Chem.*, **40**, 129.

Christensen C. M., Kaufmann H. H., 1969. Deterioration of stored grains by fungi. *Grain Sanit.*, A. P. C. S., **2**, 13.

Gilgan W. W., Smalley E. B., Strong F. M., 1966. *Arch. Biochem. Biophys.*, (114), 1.

Goldblat L. A., 1969. *Aflatoxin. Scientific background, control and implications.* Acad. Pres., N. Y.

Harris K. L., 1946. *J. Assoc. off. agric. Chem.*, **29**, 420.

Harris K. L., Nicholson J. F., Yakowitz M. G., 1969. Principles of isolation and detection of food and drug contaminants. *Grain Sanit.*, A. P. C. S., **4**, 48.

Howe R. W., 1965. *Nutrit. Abstr. Rev.*, **35**, 285.

Lindgren D. L., Sinclair W. B., Vincent L. E., 1968. *Residue Rev.*, **21**, 1.

Mc Masters M. M., 1969. Structure and composition of cereal grains with special reference to purity of food. *Grain Sanit.*, A. P. C. S., **1**, 1.

Majumder S. K., 1961. *Food Sci.*, (10), 321.

Majumder S. K., 1961. *Proc. Symposium Food Needs and Resources. Bull.* (20), Nisi, New Delhi.

Majumder S. K., Narasimhan K. S., Parpia H. A. B., 1964. Microscological factors of microbia spoilage and the occurence of mycotoxins on stored grains. *Proc. Symposium on Mycotoxins*, 27-47.

Majumder S. K., Godavaribai S., Krishnamurthy K., Muthu M., 1965. Reactivity of volatile chemicals. *J. Chromatog.*, **17**, 373.

Majumder S. K., 1969. *Proc. 2nd int. Seminar on integrated Pest Control*, New Delhi.

Majumder S. K., 1970. Protecting food from deterioration during storage, handling and distribution in technologically less developed countries of the world. *Proc. 2rd int. Congr. Food Sci. Technol.*, Ift, U. S. A., 518.

Majumder S. K., 1970. *Biophysical aspects of gaseous sterilisation. Fumigation and gaseous pasteurisation.* A. P. C. S.

Majumder S. K., 1971. (Unpublished data.)

Monro H. A. U., 1969. *Manual of fumigation for insect control.* 79. F. A. O. agric. Studies.

Muthu M., Majumder S. K., 1971. *Proc. Seminar on Pesticides Residues Analysis*, Ludhiana.

Oxley T. A., 1948. *The scientific principles of grain storage.* North. Publ. Co.

Parvathappa H. C., Poornima P., Ragunathan A. N., Majumder S. K., 1970. *Int. Biodet. Bull.*, **6**, 95.

Ragunathan A. N., Muthu M., Majumder S. K., 1969. *J. stor. Prod. Res.*, **5**, 389.

Robinson J. R., 1972. *J. stor. Prod. Res.*, **8**, 19.

Venkatarao S., Nuggehalli R. N., Pingale S. V., Swaminathan N., Subralmanya V., 1960. *Cereal Chem.*, **37**, 97.

Winteringham F. P. W., Bridges R. G., Bridges P. M., 1955. *J. sci. Food Agric.*, **6**, 251.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (3), 493-505.

UNTERSUCHUNGEN ÜBER DIE AUSWIRKUNG DER TROCKNUNG AUF DEN MIKROBIELLEN KEIMGEHALT DES GETREIDES

G. SPICHER und D. WEIPERT

Bundesforschungsanstalt für Getreideverarbeitung in Berlin und Detmold (R. F. A.)

ZUSAMMENFASSUNG

Im Zusammenhang mit Untersuchungen zum Studium des Verhaltens der Mikroflora des Getreides im Reinigungs — und Vermahlungsdiagramm wurde der Auswirkung der Trocknung auf die Bakterien und Schimmelpilzkeimzahl nachgegangen. Wie sich zeigt, geht der Trocknung des Getreides eine Verminderung seiner Mikroflore einher, die bei einer Trocknungszeit von 1. Std. (in Abhängigkeit von dem Feuchtigkeitsgehalt des Getreides, der Höhe der Trocknungstemperaturen und der Art des Verfahrens) bis zu mehr als 99 p. 100 der Keimzahl der Bakterien und Schimmelpilze umfassen kann. Eine Unterstützung erfährt dieser Effekt, wenn das zu trocknende Getreide zuvor einer Dampfbehandlung (1 Minute Dampfzusatz, 2 Minuten Einwirkung) unterworfen wird. Unterdiesen Bedingungen lässt sich bereits bei Anwendung von Temperaturen zwischen 50 und 55°C eine weitgehende Ausschaltung der mesophilen Mikroorganismen erreichen.

EINLEITUNG

Zur Sicherung der hygienischen Belange bei der Herstellung von Lebensmitteln gehen die produzierenden Betriebe in zunehmendem Masse dazu über, die Rohstoffe einer mikrobiologischen Kontrolle zu unterziehen. Hiervon sind in gewissen Fällen auch die Mahlprodukte des Getreides betroffen (SPICHER, 1972). Im Gefolge der resultierenden Forderungen sieht sich die Mühlenindustrie gezwungen, mehr auf die Mikroflora des Getreides und die mikrobielle Verunreinigung der aus dem Getreide hergestellten Produkte zu achten.

Zur Beherrschung der erwachsenden mikrobiologischen Probleme stehen der Mühle vornehmlich zwei Wege offen. Sie verlaufen in Richtung einer direkten Einwirkung auf die Mikroflora, durch Einführung geeigneter Massnahmen zur Nachbehandlung der Mahlprodukte oder in Richtung einer indirekten Verminderung der mikrobiellen Verunreinigung der Mahlprodukte durch Nutzung der während der

Vermahlung des Getreides auftretenden Effekte der Abtrennung und Schädigung von Mikroorganismen.

Um Hinweise auf den geeignetsten Weg zu erlangen, wurden bereits vor einiger Zeit Untersuchungen eingeleitet, die einen Aufschluss über die von der Reinigung und Vermahlung des Getreides ausgehenden Einflüsse auf die Mikroflora geben sollen (SPICHER, 1960 ; SPICHER und ZWINGELBERG, 1971). Die vorliegenden Befunde lassen erkennen, dass im Zuge der Verarbeitung des Getreides noch manche ungenutzten Ansatztpunkte für eine wirksame Verminderung der mikrobiellen Verunreinigung der Mahlprodukte gegeben sind. Da sich insbesondere die mit der Konditionierung verbundene Einwirkung von Temperatur und Feuchtigkeit als schädigend für die Mikroflora des Kornes erwiesen hat, lag es nahe, auch der Auswirkung der Trocknung des Getreides auf die ihm anhaftenden Bakterien und Schimmelpilze nachzugehen. Diese Gelegenheit bot sich im Zusammenhang mit Untersuchungen über die Beeinflussung einiger Qualitätsmerkmale durch Trocknungsmassnahmen, deren Ergebnisse einer von uns (WEIPERT, 1970) bereits vor einiger Zeit dargelegt hat.

1. — Auswirkung der Trocknung auf die Mikroflora der Gerste

Die grundlegenden Untersuchungen zur Beantwortung der Frage nach den Auswirkungen der Trocknung auf die dem Getreide anhaftende Mikroflora wurden an Gerest (Sommergerste, Sorte Ortolan, naturliche Kornfeuchte 17,3 p. 100) wahrgenommen. Sie vermitteln einen Einblick in das Verhalten der Bakterien, Sporenbildner und Schimmelpilze auf Getreide mit einem Feuchtigkeitsgehalt von 17, 20, 25 und 30 p. 100, bei Einwirkung von Temperaturen zwischen 40 und 80°C über 1 Std. Die Trocknung erfolgte unter Verwendung eines MIAG-Laborvorbereiters, eingesetzt wurden jeweils 5 kg.

Wie der Auszug aus dem Temperaturdiagramm ausweist (Abb. 1), wurden die vorgewählten Temperaturen in jedem Fall erreicht, und sie konnten fast ohne Ausnhame für die Dauer der Trocknung mit einer Abweichung von nicht mehr als $\pm$ 1°C bis $\pm$ 2°C aufrecht erhalten werden (Ausnahme : 20 p. 100 Kornfeuchte, 70°C = $\pm$ 3°C). Die zu prüfenden Trocknungsbedingungen wirkten innerhalb der Gesamtdauer der Trocknung von 1 Std. zumeist für mindestens 40 bis 55 Minuten auf das Korn ein.

Die Befunde über die Veränderung der Keimzahl im Verlauf der Versuchsanstellung lassen erkennen, dass mit der Trocknung des Getreides stets eine mehr oder weniger nachhaltige Verminderung seiner Bakterienflora einhergeht (Abb. 2). Im günstigsten Falle, wenn zur Trocknung einer Gerste mit einer Kornfeuchte von 20-30 p. 100 eine Temperatur von 80°C angewandt wurde, nahm die Keimzahl von durchschnittlich 43,7 Millionen bis auf etwa 200 Bakterien/g Gerste ab. Mit einer Verminderung des Keimgehaltes ist offensichtlich immer dann zu rechnen, wenn die Trocknungstemperatur mehr als 50°C beträgt. Jedoch ist für diesen Effekt nicht allein die Temperatur bestimmend, bis zu einem gewissen Grade nimmt auch die Kornfeuchte einen Einfluss So zeichneten sich bei einer Feuchtigkeit des zu trocknenden Kornes von mehr als 25 p. 100 selbst bei Temperaturen zwischen 40 und 50°C Auswirkungen auf die Bakterienflora ab. Auf der anderen Seite war bei Getreide mit geringem Wassergehalt (17 p. 100 eine merkbare Verminderung der Bakterienkeimzahl erst nach Einwirkung einer Trocknungstemperatur oberhalb von 60°C gegeben nicht).

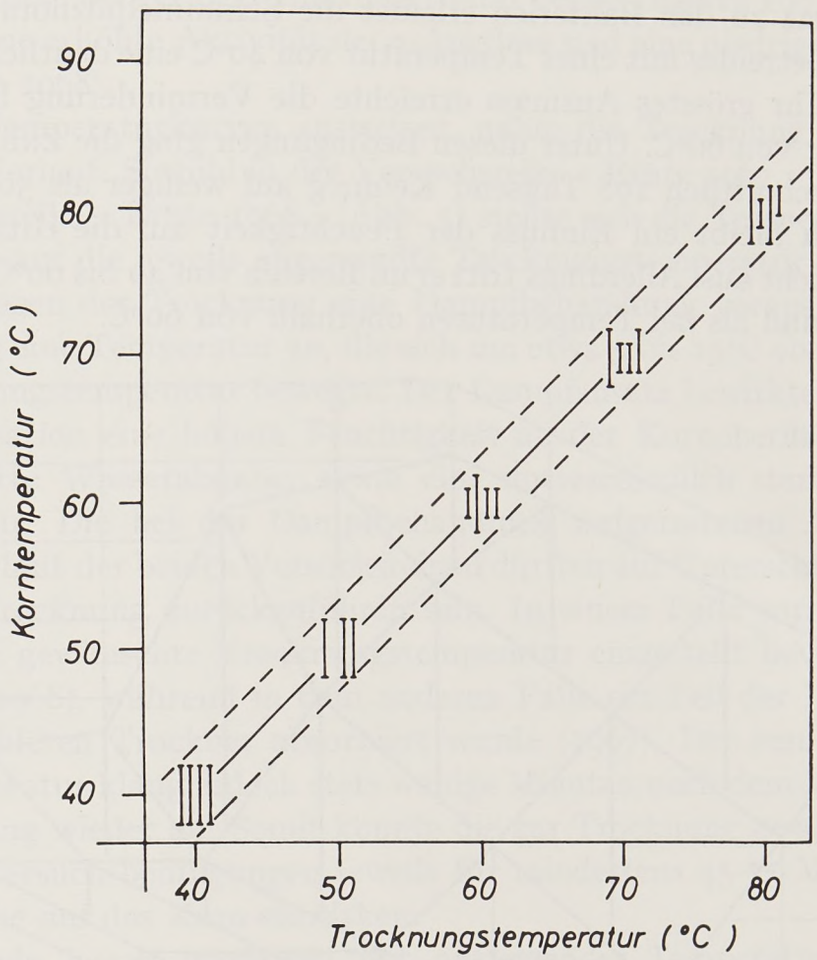


ABB. 1. — *Temperaturbedingungen der Versuche zur Trocknung von Gerste*

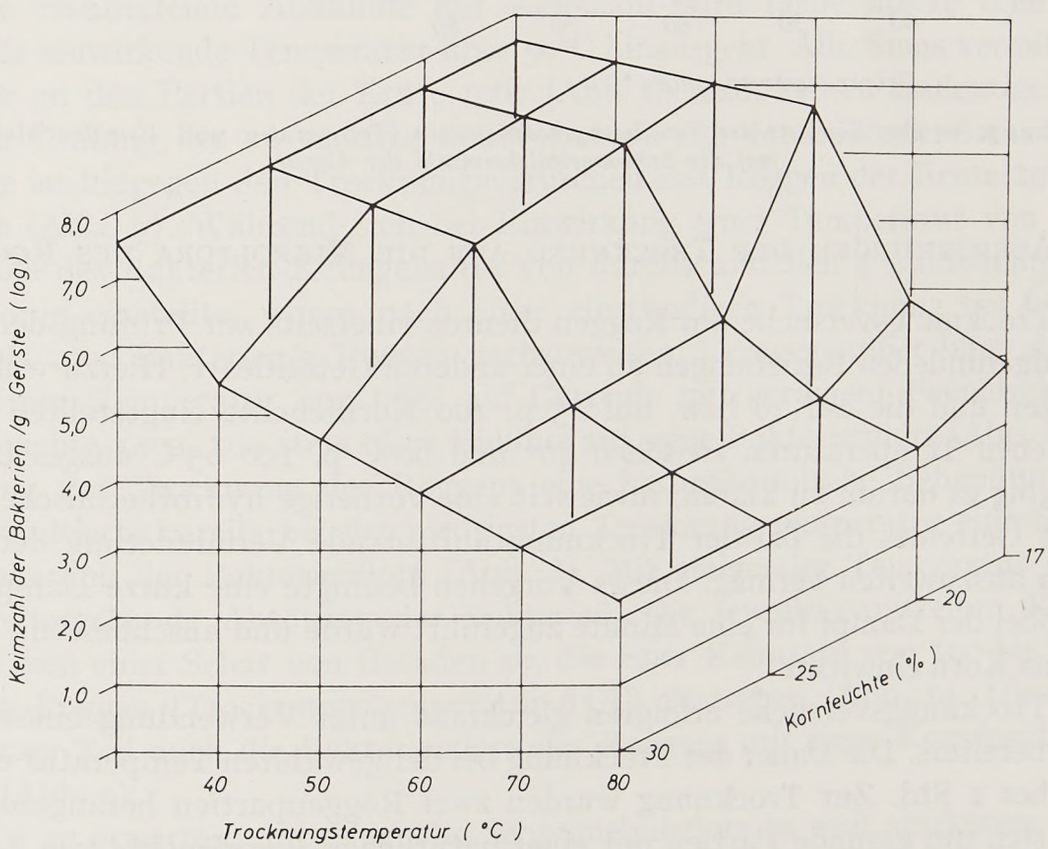


ABB. 2. — *Der Einfluss der Trocknungsbedingungen* (Temperatur und Kornfeuchte) *auf die Bakterienkeimzahl der Gerste*

Im Gegenstaz zu den Bakterien erleidet die Schimmelpilzflora bereits bei der Trocknung des Getreides mit einer Temperatur von 40°C eine deutliche Beeinträchtigung (Abb. 3). Ihr grösstes Ausmass erreichte die Verminderung bei einer Trocknungstemperatur von 60°C. Unter diesen Bedingungen ging die Zahl der Schimmelpilze von durchschnittlich 108 Tausend Keime/g auf weniger als 50 Keime/g Gerste zurück. Dennoch bleibt ein Einfluss der Feuchtigkeit auf die Hitze-Abtötung der Schimmelpilze nicht aus. Allerdings tritt er im Bereich von 40 bis 60°C weitaus stärker in den Vordergrund als bei Temperaturen oberhalb von 60°C.

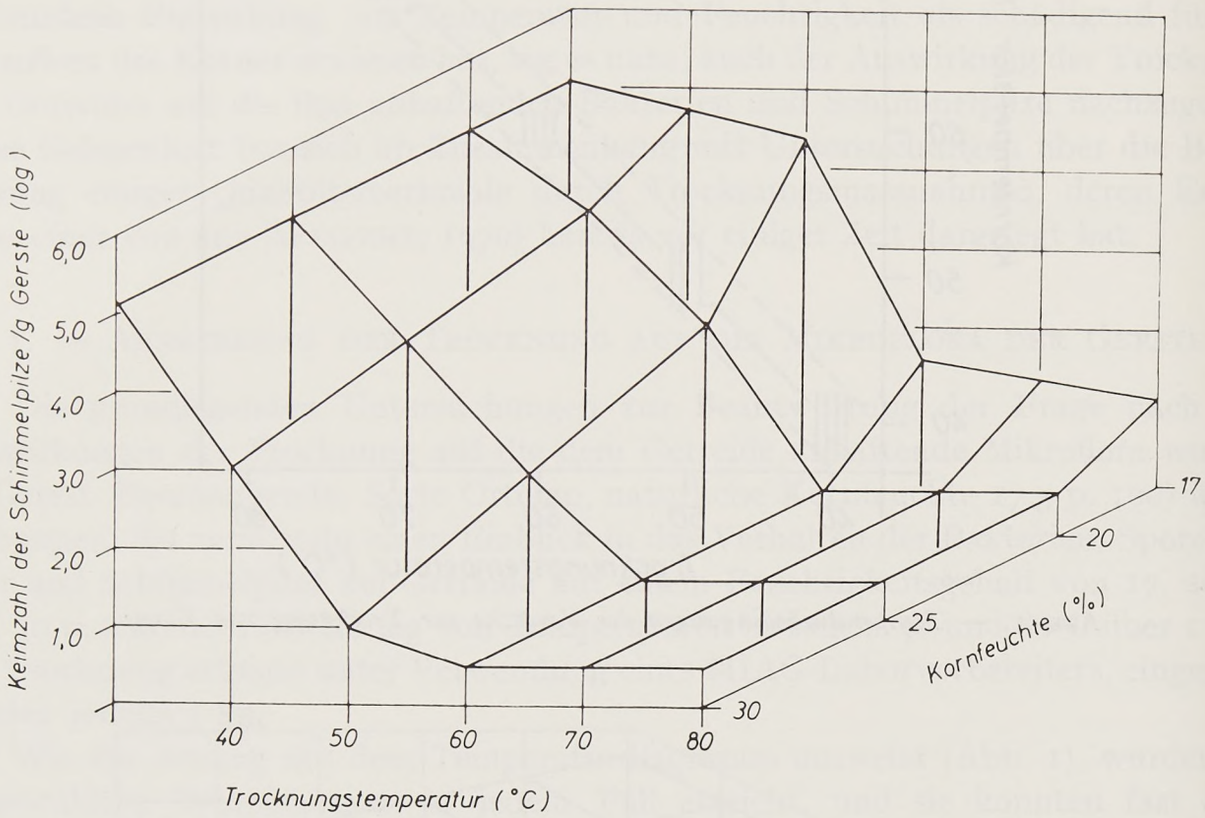


Abb. 3. — *Der Einfluss der Trocknungsbedingungen* (Temperatur und Kornfeuchte) *auf die Schimmelpilzkeimzahl der Gerste*

2. — Auswirkungen der Trocknung auf die Mikrolfora des Roggens

Die Trocknungsversuche am Roggen dienten einerseits zur Prüfung der bei der Gerste aufgefundenen Beziehungen an einer anderen Getreideart. Hierzu wurden die ungenetzten und die auf 20 bzw. auf 25 p. 100 Kornfeuchte eingestellten Partien verschiedenen Temperaturen zwischen 40° und 60°C p. 100 65°C ausgesetzt. Zum anderen ging es darum zu klären, inwieweit eine vorherige hydrothermische Behandlung des Getreides die bei der Trocknung auftretende Verminderung der Mikroflora noch auszuweiten vermag. Dieses Vorgehen bedingte eine kurze Dampfbehandlung, wobei der Dampf für eine Minute zugeführt wurde und anschliessend 2 Minuten auf das Korn einwirkte.

Die Trocknungsversuche erfolgten gleichfalls unter Verwendung eines MIAG-Laborvorbereiters. Die Dauer der Trocknung bei der gewählten Temperatur erstreckte sich über 1 Std. Zur Trocknung wurden zwei Roggenpartien herangezogen. Es handelte sich um gesunde Partien mit einer natürlichen Kornfeuchte von 14 p. 100 und einer Keim fähigkeit von 95 bis 97 p. 100, die sich jedoch in einigen Qualitätsmerkmalen unterschieden. Während die eine Partie ausgereift wat und gut aufge-

baute Inhaltsstoffe, bei geringer Enzymaktivität besass (Ernte 1967). wat die andere Partie durch eine erhöhte Aktivität der α-Amylase und eine niedrige Fallzahl gekennzeichnet (Ernte 1968).

Wie die Temperaturkurven ausweisen, nahm die Trocknung des Roggens den gewünschten Verlauf. Sowohl in der Versuchsreihe « Ernte 1967 » (Abb. 4), als auch in der Versuchsreihe « Ernte 1968 » (Abb. 5) stellte sich die Temperatur des zutrocknenden Kornes auf die jeweils angewandte Trocknungstemperatur ein.

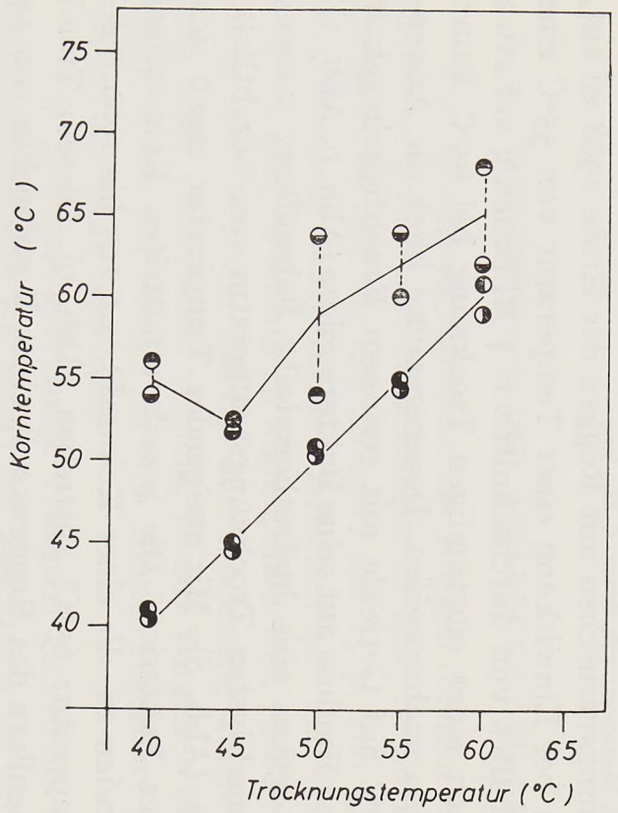
Ging hingegen der Trocknung eine Dampfbehandlung voraus, dann nahm das Korn zeitweilig eine Temperatur an, die sich um etwa 5 bis 15°C oberhalb der gewünschten Trocknungstemperatur bewegte. Der Dampfzusatz bewirkte durch die eintretende Kondensation eine höhere Feuchtigkeit an der Kornoberfläche und dadurch eine verminderte Wasserabgabe, sowie eine unterschiedlich starke Erhöhung der Korntemperatur. Die bei der Dampfbehandlung aufgetretenen Abweichungen im Temperaturverlauf der beiden Versuchsreihen dürften auf Unterschiede in der Durchführung der Trocknung zurückzuführen sein. In einem Falle wurde der Trommelmantel auf die gewünschte Trocknungstemperatur eingestellt bevor der Dampfzusatz erfolgte (1968), während in dem anderen Falle ein Teil der Dampfwärme von dem etwas kühleren Trockner absorbiert wurde (1967). Der resultierende Anstieg der Korntemperatur klang jedoch stets wenige Minuten nach dem Ende der thermischen Behandlung wieder ab. Somit konnte die zur Trocknung gewählte Temperatur unter diesen Versuchsbedingungen jeweils für mindestens 45-55 Minuten in gleichbleibender Höhe auf das Korn einwirken.

Die Befunde lassen wiederum mit ansteigender Temperatur der Trocknung und höherem Feuchtigkeitsgehalt des Getreidekornes eine zunehmende Verminderung an Bakterienpopulationerkennen (Abb. 6).

Die resultierende Abnahme der Keimzahl wird insbesondere dann fühlbarwenn die einwirkende Temperatur über 50°C hinausgeht. Allerdings vermittelten die Befunde an den Partien der Ernte 1967 (Abb. 6) noch keinen eindeutigen Hinweis auf den Umfang der zu erwartenden Verminderung der Bakterienflora. Eine klare Aussage ist hingegen den Trocknungsveruschen mit Roggen der Ernte 1968 zu ent, nehmen (Abb. 7). Während sich bei Einwirkung einer Temperatur von 55°C eine Abnahme des Bakterien-Keimgehaltes von durchschnittlich 4 Millionen/g auf etwa 1 Million/g einstellte, waren nach einer einstündigen Trocknung bei 65°C kaum mehr als 1000 Bakterien/g Roggen nachzuweisen. Demgegenüber blieb die Anwendung einer Temperatur von 60°C auf Getreide mit geringem Feuchtigkeitsgehalt (Kornfeuchte 14 p. 100 stets ohne Einfluss auf seine Bakterienflora (Abb. 6, Abb. 7).

Ging der Trocknung des Roggens eine hydrothermische Behandlung voraus, dann resultierte bereits bei der niedrigsten Trocknungstemperatur eine beachtliche Verminderung der Bakterienflora (Abb. 8). Mit steigender Temperatur ergab sich eine weitergehende Abtötung der Bakterien. Die jeweils ermittelten Keimzahlen ordnen sich einer Schar von Geraden zu, die einer Keimzahl von 100 bis 1000 Bakterien/g Roggen (Trocknungstemperatur 65°C) zustreben (Abb. 9). Diesem Trend folgte zum Teil auch die Bakterienflora des Roggens mit einer Kornfeuchte von 14 p. 100 (Abb. 9).

Wie zu erwarten, unterliegt die Schimmelpilzflora in weit starkerem Masse der Einwirkung der Trocknungstemperatur. Die Abnahme ihrer Keimzahl setzt ein, wenn die Temperatur über 40°C (Ernte 1967 ; Abb. 10) bis 45°C (vgl. Ernte 1968 ;



Zeichenerklärung:

Trocknung ohne hydrothermische Behandlung

◐ = 20 % Kornfeuchte

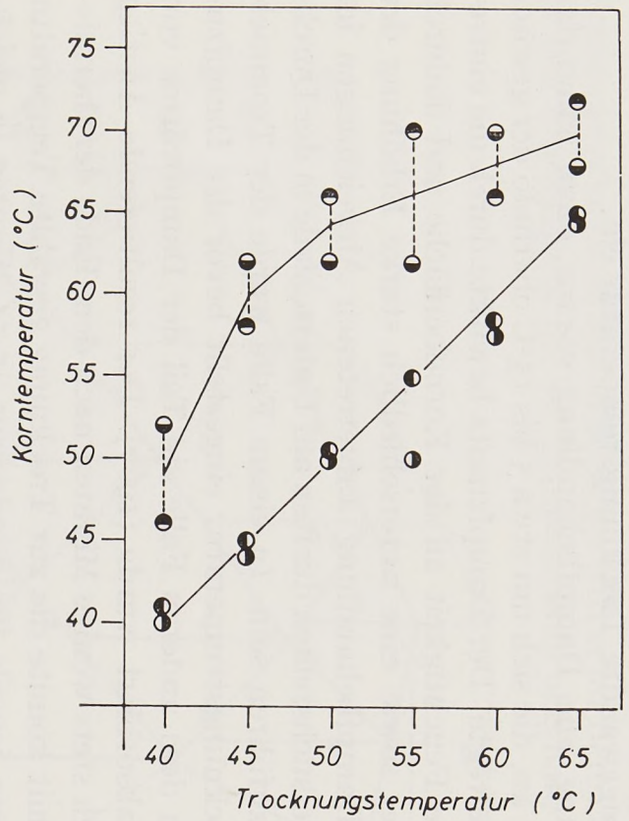
◑ = 25 % Kornfeuchte

Trocknung mit hydrothermischer Behandlung

◓ = 20 % Kornfeuchte

◒ = 25 % Kornfeuchte

Abb. 4. — *Temperaturbedingungen der Versuche zur Trocknung von Roggen der Ernte 1967*



Zeichenerklärung:

Trocknung ohne hydrothermische Behandlung

◐ = 20 % Kornfeuchte

◑ = 25 % Kornfeuchte

Trocknung mit hydrothermischer Behandlung

◓ = 20 % Kornfeuchte

◒ = 25 % Kornfeuchte

Abb. 5. — *Temperaturbedingungen der Versuche zur Trocknung von Roggen der Ernte 1968*

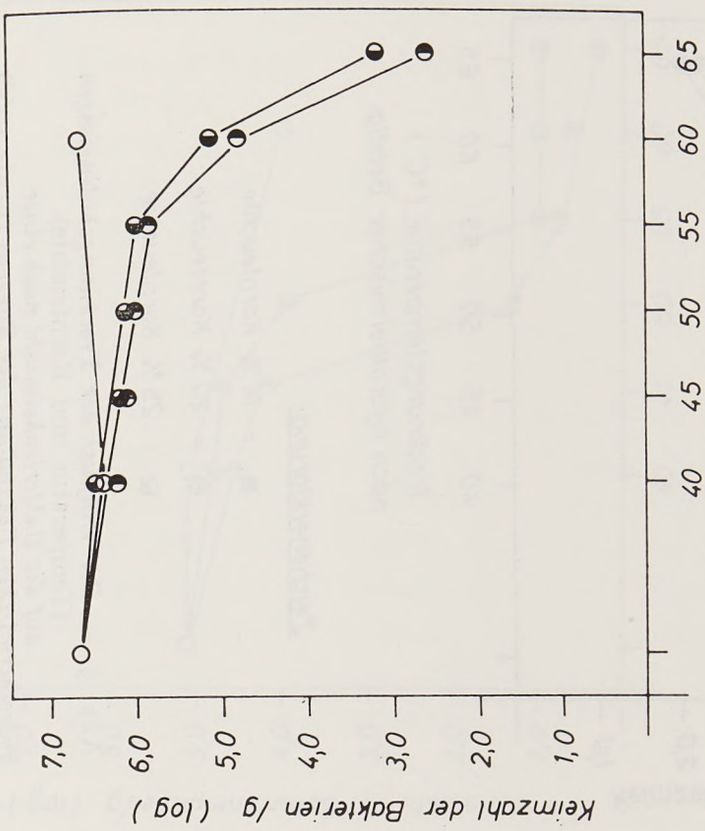


Abb. 7. — *Der Einfluss der Trocknungsbedingungen* (Temperatur und Kornfeuchte) *auf die Bakterienkeimzahl von Roggen* (Ernte 1968)

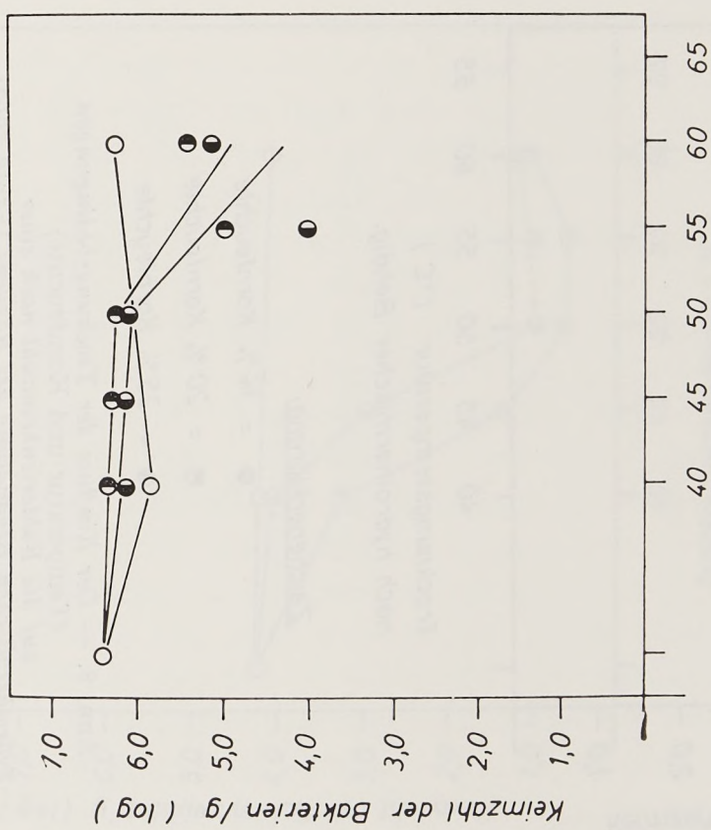


Abb. 6. — *Der Einfluss der Trocknungsbedingungen* (Temperatur und Kornfeuchte) *auf die Bakterienkeimzahl von Roggen* (Ernte 1967)

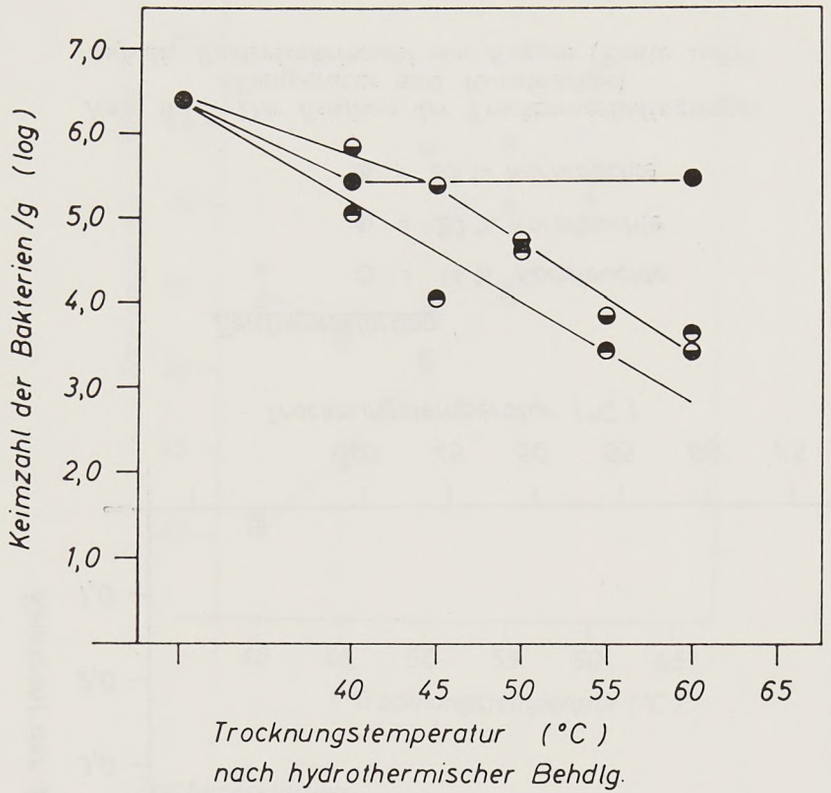


ABB. 8. — *Der Einfluss der Trockungsbedingungen* (Temperatur und Kornfeucnte) *auf die Bakterienkeimzahl nach einer hydrothermischen Behandlung des Roggens* (Ernte 1967)

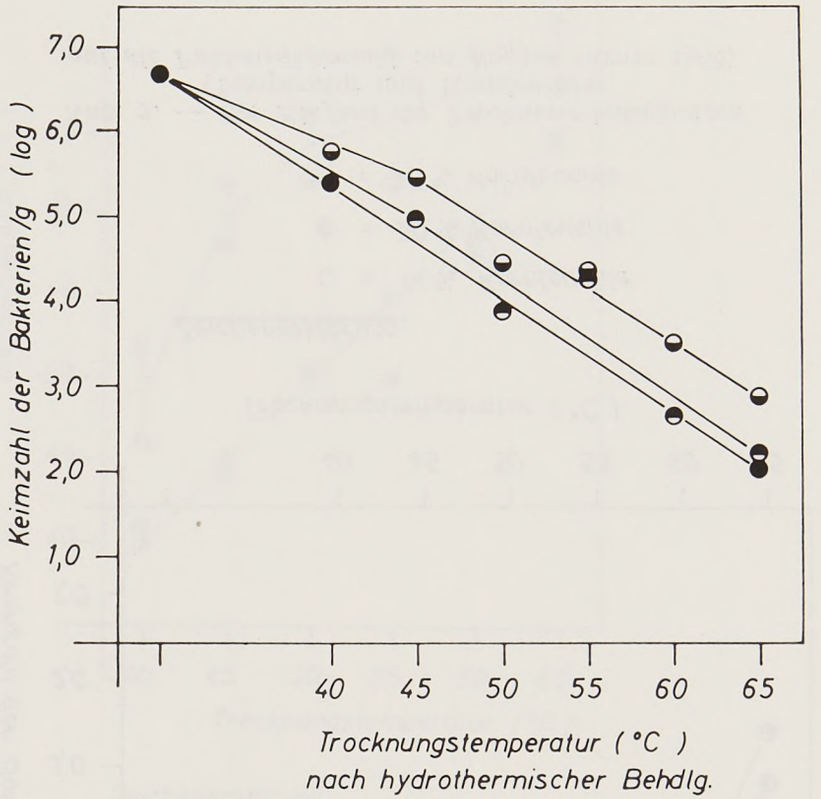


ABB. 9. — *Der Einfluss der Trocknungsbedingungen* (Temperatur und Kornfeuchte) *auf die Bakterienkeimzahl nach einer hydrothermischen Behandlung des Roggens* (Ernte 1968)

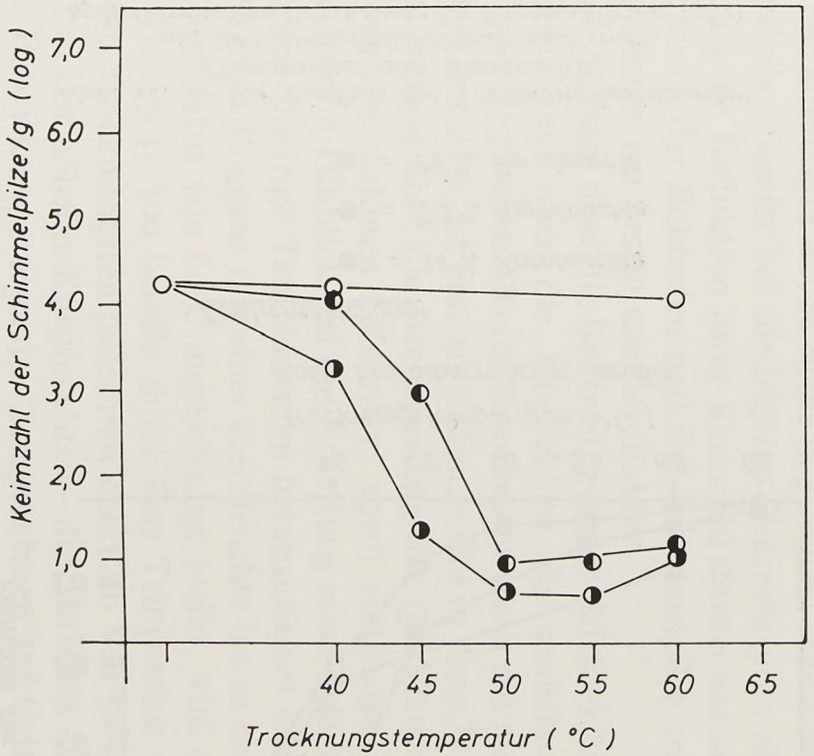


ABB. 10. — *Der Einfluss der Trocknungsbedingungen* (Temperatur und Kornfeuchte) *auf die Schimmelpilzkeimzahl des Roggens* (Ernte 1967)

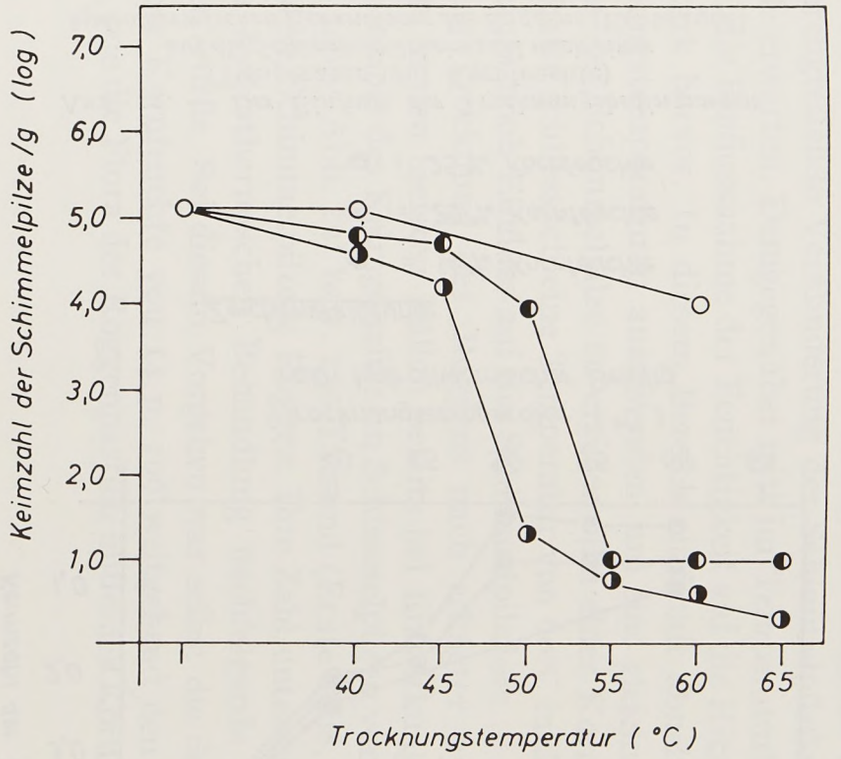


ABB. 11. — *Der Einfluss der Trocknungsbedingungen* (Temperatur und Kornfeuchte) *auf die Schimmelpilzkeimzahl des Roggens* (Ernte 1968)

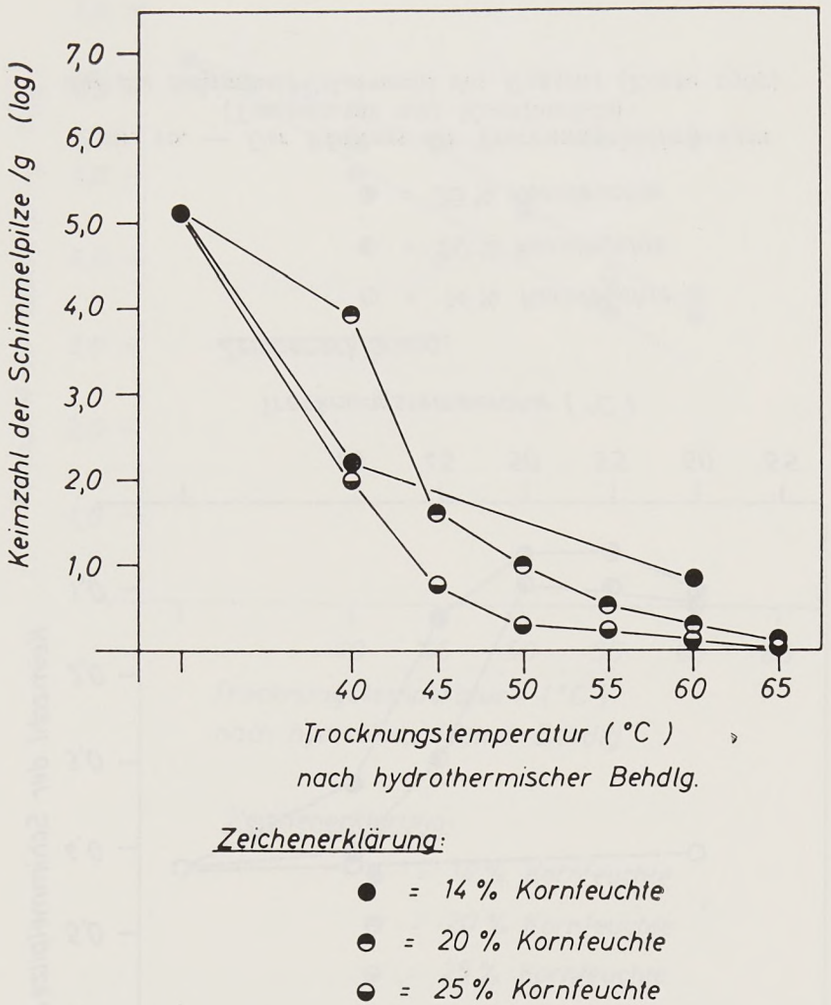


ABB. 12. — *Der Einfluss der Trocknungsbedingungen* (Temperatur und Kornfeuchte) *auf die Schimmelpilzkeimzahl nach einer hydrothermischen Behandlung des Roggens* (Ernte 1967)

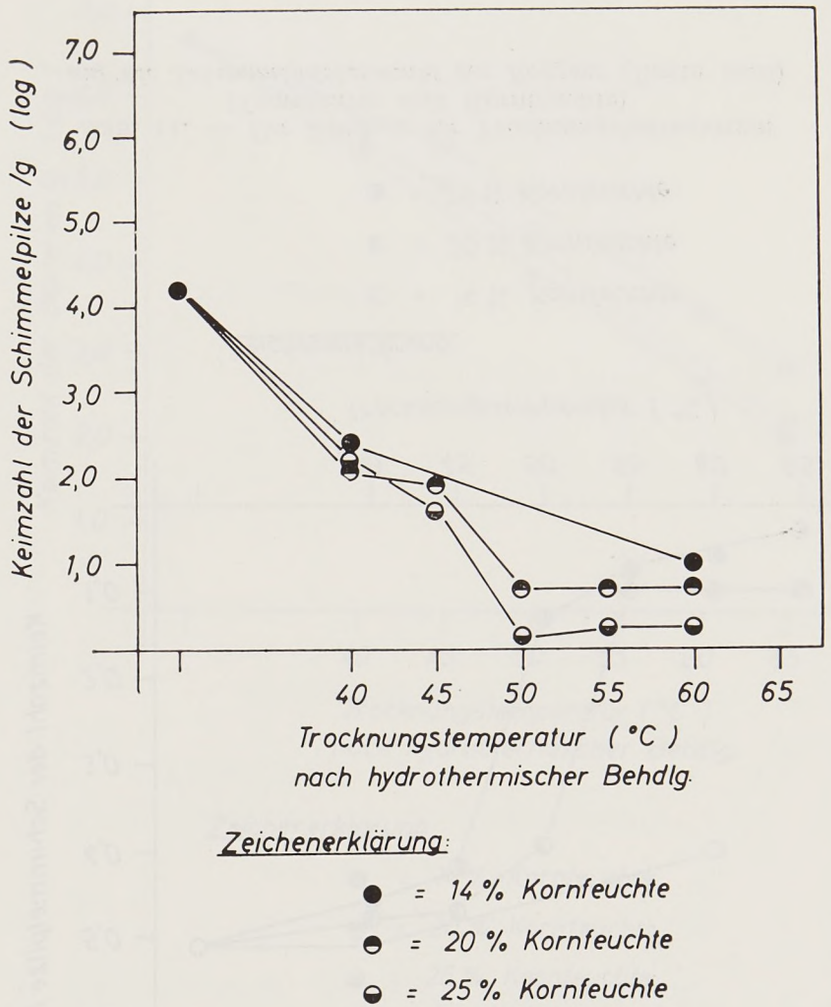


ABB. 13. — *Der Einfluss der Trocknungsbedingungen* (Temperatur und Kornfeuchte) *auf die Schimmelpilzkeimzahl nach einer hydrothermischen Behandlung des Roggens* (Ernte 1968)

Abb. 11) hinausgeht. Eine Trocknung des Roggens bei 55°C lässt mit Sicherheit eine durchgreifende Verminderung der Schimmelpilzflora bis auf unter 100 Keime/g Getreide erwarten. Demgegenüber tritt im Temperaturbereich zwischen 40/45°C und 50/55°C die Einflussnahme der Feuchtigkeit auf die Hitzeabtötung der Schimmelpilze sehr stark hervor. In diesem Bereich sind mit abnehmender Kornfeuchte höhere Trocknungstemperaturen anzuwenden, um eine gleichwertige Reduktion des Keimgehaltes der Schimmelpilze zu erzielen. Bei einer Kornfeuchte des Roggens von 14 p. 100 hatte schliesslich eine Temperatur von 60°C in der gegebenen Zeit der Trocknung kaum noch Einfluss auf die Schimmelpilzflora.

Eine Trocknung des Roggens nach erfolgter hydrothermischer Behandlung bedingte in den meisten Fällen bereits bei Einwirkung einer Temperatur von 40°C eine Abnahme des Keimgehaltes an Schimmelpilzen von durchschnittlich 16 Tausend (Ernte 1967 ; Abb. 12) bzw. 130 Tausend (Ernte 1968, Abb. 13) auf wenig mehr als einhundert Schimmelpilze/g Roggen. Ihre Zahl unterschritt sogar 10 Keime/g, wenn die der hydrothermischen Behandlung nachfolgende Trocknung bei 50°C vorgenommen wurde. Bei diesem Vorgehen war selbst die Schimmelpilzflora von Roggen mit einer Kornfeuchte von 14 p. 100 weitgehend den gleichen Änderungen unterworfen, wie die Flora der Roggenpartien mit einer Kornfeuchte von 20 und 25 p. 100.

BESPRECHUNG DER ERGEBNISSE

Die Befunde der vorgliegenden Untersuchungen weisen aus, dass die Trocknung des Getreides von einer bestimmten Temperaturschwelle an auch Auswirkungen auf die dem Korn anhaftende Mikroflora hat. Allerdings sind die verschiedenen Komponenten der Mikroflora davon nicht in gleichem Masse betroffen. Zumeist erfahren die Schimmelpilze bereits bei niedrigeren Temperaturen eine Beeinträchtigung, und es greift auch die Reduktion ihrer Keimzahl stärker um sich. Ferner ist für den Umfang der Abtötung der Bakterien und der Schimmelpilze auch die Feuchte des zu trocknenden Kornes ein bestimmender Faktor.

Eine Aussage über die Bedeutung dieses Effektes der Trocknung für die Müllerei-Technologie und über die Möglichkeit des gezielten Einsatzes einer derartigen Massnahme, gegebenenfalls im Zusammenwirken mit einer hydrothermischen Behandlung des Getreides, ist erst zu treffen, wenn in diese Betrachtungen die Befunde der Untersuchungen über die Beeinflussung der Qualitätsmerkmale des Roggens durch Trocknungsmassnahmen (WEIPERT, 1970) einbezogen werden. Hierbei hatte sich gezeigt, dass im Hinblick auf die Erhaltung einer optimalen Qualität zur Trocknung von Roggen niedrige Temperaturen heranzuziehen sind. Während z. B. die Keimfähigkeit eines Roggens mit einer Kornfeuchte bis zu 20 p. 100 selbst bei Einwirkung einer Temperatur von 60°C ungeschädigt bleibt, wird sie bei einer Feuchtigkeit des Kornes von 25 p. 100 bereits durch eine Temperatur von 50°C gemindert. Ebenso reduzieren Trocknungstemperaturen oberhalb von 50°C — insbesondere im Zusammenwirken mit höherer Kornfeuchte — die Aktivität der Enzyme sehr stark.

Die Einwirkung steigender Temperaturen auf Getreide mit hoher Kornfeuchte ruft des weiteren einen Abfall der Löslichkeit der Proteine und Pentosane hervor. Wie sich zeigte, haben die Strukturveränderungen auch Auswirkungen auf die Mahl-

fähigkeit des Kornes und die Backfähigkeit der aus ihm bereiteten Mahlprodukte.

Die zusätzliche Dampfbehandlung bewirkte vor allem im Zusammenhang mit der Kornfeuchte eine deutliche Beeinträchtigung der Qualitätsmerkmale des Roggens. Dies betraf gleichwohl die Keimfähigkeit die Struktur — und Viskositätseigenschaften, wie auch die Mahl und Backeigenschaften. In vieler Hinsicht resultiert aus der Dampfbehandlung eine Schädigung der Eigenschaften des Roggens (z. Bs. Keimfähigkeit, Brotvolumen) bereits bei Anwendung der niedrigsten Trocknungstemperaturen.

Legt man nunmehr die Befunde beider Untersuchungen vergleichend übereinander, so decken sich weitgehend die von Seiten der Trocknungstemperatur und der Kornfeuchte gegebenen Grenzen des Überganges zu einer wirksamen Verminderung der mikrobiellen Verunreinigung des Kornes mit denen zu einer zunehmenden Beeinträchtigung der Qualitätseigenschaften des Getreides. Wenn auch die Qualitätseigenschaften des Trocknungsgutes gewisse Verschiebungen im zulässigen Temperaturbereich der Trocknung erlauben, so dürfte dennoch in der Regel nur eine begrenzte Änderung seines mikrobiologischen Zustandes zu erwarten sein, die sich eher noch auf die Schimmelpilzflora auswirkt als auf die Bakterienflora. Diese Feststellung gilt zumindest für die Trocknung von Roggen. Offen bleibt allerdings die Frage, inwieweit eine über die eingehaltene Trocknungszeit hinausgehende Einwirkung von Temperaturen des unteren Bereiches (etwa 40-45°C) zu einer weitergehenden Reduktion des mikrobiellen Keimgehaltes des Roggens beizutragen vermag.

RÉSUMÉ

ÉTUDE DE L'ACTION DU SÉCHAGE SUR LA TENEUR EN MICRO-ORGANISMES DES CÉRÉALES

On a observé l'action du séchage sur le nombre de germes de bactéries et de moisissures, dans une étude sur le comportement de la microflore des céréales lors du nettoyage et du broyage.

Ainsi que le montrent les résultats obtenus, le séchage des céréales s'accompagne d'une réduction de la microflore, qui pour un temps de séchage de une heure peut atteindre jusqu'à plus de 99 p. 100 des germes de bactéries et de moisissures (suivant la teneur en eau des céréales, l'élévation de la température appliquée et le procédé employé).

Cet effet est encore accru lorsque les céréales destinées au séchage sont soumises auparavant à un traitement par la vapeur (apport de vapeur effectué en une minute et action de la vapeur pendant deux minutes). Dans ces conditions et en appliquant des températures se situant entre 50 et 55°C, on réalise déjà une élimination importante des microorganismes mésophiles.

SUMMARY

A STUDY OF THE ACTION OF DRYING ON THE MICROORGANISMS CONTENT OF CEREALS

The action of drying on the number of bacteria and molds germs has been observed in the course of a study about cereals microflora evolution during cleaning and grinding.

The results show that cereals drying is followed by a microflora decrease which may reach after 1 hour drying more than 99 percent of the bacteria and molds germs (according to the cereals moisture content, the height of temperature used and the drying process applied).

This effect is enlarged when the cereals are submitted before drying to a vapour treatment (1 mn for the vapour to be conveyed and 2 mn for its operating).

Under these conditions, and at temperatures between 50 and 55°C, an important quantity of mesophile microorganisms may be thus eliminated.

LITERATUR

SPICHER G., 1960. Die Mikroflora des Getreides im Reinigungs — und Vermahlungsdiagramm. 1. Mitteilung : Untersuchugen über die Auswirkung einer Dampfkonditionierung auf den Keimgehalt des Weizens. *Getreide und Mehl*, **10** (11), 125-128.

SPICHER G., ZWINGELBERG H., 1971. Die Mikroflora des Getreides im Reinigungs — und Vermahlungsdiagramm. III. Mitteilung : Untersuchung über die Auswirkung der Reinigung auf den mikrobiellen Keimgehalt des Getreides. *Die Mühle*, **108** (45), 667-670 ; (46), 681-683.

SPICHER G., 1972. Zur Frage der Beurteilung mikrobieller Keimzahlen von Mehl und Griess. *Getreide, Mehl, Brot*, **26**, 1-5.

SPICHER G., 1972. Studien zur Frage der Hygiene des Getreides. *Zentralblatt f. Bakt. II Abt.*, **127** (1), 61-81.

SPICHER G., 1973. Die Mikroflora des Durumweizens und seine Verarbeitungs-produkte im Blickpunkt der Lebensmittelhygiene. *Getreide, Mehl, Brot*, **27** (im Druck).

WEIPERT D., 1970. Beeinflussung einiger Qualitätsmerkmale des Roggens durch Trocknungsmassnahmen. *Die Muhle*, **107** (28), 424-426 ; (29), 437-439 ; (30), 450.

SECTION V

- PROBLÈMES RELATIFS A L'INFESTATION PAR LES INSECTES.
- PROBLEMS RELATED TO INSECTS INFESTATION.
- PROBLEME DES INSEKTENBEFALLS.

Sous la présidence

de

M. SINHA (Canada)

et M. POINTEL (France)

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (3), 509-530.

PROBLEMS OF INFESTATION BY INSECTS AND MITES OF CEREALS STORED IN WESTERN EUROPE

J. A. FREEMAN

Pest Infestation Control Laboratory,
Slough (England)

SUMMARY

The occurrence of various species of insects and mites as pests of cereals during storage is related to the climatic conditions, the methods of storage and the risks of cross-infestation from imported cereals and other agricultural products.

The nature and extent of actual and potential damage and loss are described in relation to requirements of users of grain, of official grading requirements and of overseas buyers.

The various methods of prevention and control are surveyed with special reference to the increasing limitations being placed upon the use of chemicals by resistance of insects and mites and by consideration of public health. Research into alternative techniques is described.

I. — INTRODUCTION

Any method of storage of grain must be selected with the ultimate use of the grain in mind. Thus, if the grain is to be used for the feeding of livestock on the farm where it has been grown, various techniques of storage at high moisture content may be used. However, if the grain has to be transported away from the farm, perhaps to the other side of the world, has to be stored for long periods or is intended for human food or certain industrial uses, the high moisture storage techniques are not appropriate and the grain must be dry enough to remain stable, taking into account the temperatures likely to be experienced. This means generally, under temperate climatic conditions, a moisture content not exceeding about 14 p. 100, although moisture contents up to 18 p. 100 may be tolerated if temperatures can be kept down artificially.

At such moisture contents, the principal factor limiting lenght of storage and eventual end use of the grain is attack by insects and mites, the risk, in general, diminishing with reduction in temperature and moisture content.

In the maritime countries of western and north western Europe (tabl. 1), say from Finland and Norway to Spain and Portugal, over 75 million tons of home produced wheat, barley, maize and rice are at risk each year. Some may be exported, but most consumed during the cereal year so that the storage problem is mainly one of conservation within that period and not long-term.

TABLE I

Production of wheat, barley, maize and rice in certain w-european countries for 1968-69 (1) (thousand tons)

	Wheat	Barley	Maize	Rice
Finland	498	660	—	—
Norway	16	611	—	—
Sweden.....	1 043	1 748	—	—
Denmark	457	4 967	—	—
W-Germany	6 101	4 895	—	—
Netherlands.....	668	383	—	—
Belgium	841	565	—	—
United Kingdom .	3 414	8 140	—	—
Irish Republic....	406	740	—	—
France	14 748	8 995	5 294	54
Spain	5 228	3 387	1 450	235
Portugal.....	736	93	521	99
Total	34 156	35 084	7 265	388

(1) *Source :* Grain Crops, Commonwealth Economic Committee, London 1972.

II. — ORIGIN AND NATURE OF INFESTATION

In western Europe, generally infestation by storage insects and mites starts when grain has been placed in store, i.e. the insects and mites are not brought in from the fields with the grain. This is very important in regard to the planning of control measures. Certain species of mites, very similar to true storage mites, may be found in wheat and barley at harvest time, e.g. *Acarus farris* OUDS. and *Acarus immobilis* GRIFFITHS (GRIFFITHS, 1963). These are replaced during storage by true storage species such as *Acarus siro* L. One exception to the rule of storage species not causing field infestation concerns *Sitotroga cerealella* (OLIV.) (Angoumois grain moth), which occurs in France south of the R. Loire (STOCKEL, 1967) and which attacks maize ripening in the field. Such attack is particularly liable to occur on hybrid varieties which frequently have short sheath leaves on the cobs, thereby leaving the apical grains unprotected. Such field infestation is an important factor in increasing storage losses, not only because substantial populations of insects are already present, but because the damage done by them opens up the grain immediately to attack by secondary pests present in the grain store.

The number of species of established grain pests capable of surviving the winter in unheated warehouses over the area under consideration is relatively small and consists of *Sitophilus granarius* (L), *Oryzaephilus surinamensis* (L), *Cryptolestes*

TABLE 2

Infestation of wheat imported into Great Britain during 1971.
Number of cargoes inspected and infested
and occurrence of principal species of insects and mites

Country of origin	Inspected	Infested	p. 100 infested	*Sitophilus granarius*	*Sitophilus oryzae*	*Sitophilus zeamais*	*Cryptolestes ferrugineus*	*Rhizopertha dominica*	*Tribolium castaneum*	*Ephestia cautella*	*Plodia interpunctella*	*Pyralis farinalis*	*Nemapogon granella*	*Acarus siro*
Australia	325	6	1.8	3	1				1	1				
Canada	169	2	1.2	1		1								
United States	102	7	6.8		3		1	1	1	1	1	2		
U. S. S. R.	52	1	1.9										1	
France	64	10	15.6	6	1									1
Others (1)	34	1	—	1										
Total	719	27	3.8	11	5	1	1	1	2	2	1	2	1	1

(1) Belgium (1), Bulgaria (3), Denmark (12. 1 infested), Germany (1), Greece (2), Holland (4), S. Africe (1), Sweden (10).

ferrugineus (STEPH.) and *Ephestia elutella* (HÜBN.). *Nemapogon infimella* (H. SCH.) (personella P. and M.) replaces *N. granella* (L) in the northern part.

Plodia interpunctella (HÜBN) may occur from Great Britain southwards. Non-hardy species, such as *Ephestia cautella* (WLK.), *Sitophilus oryzae* (L.), *Sitotroga cerealella*, *Rhyzopertha dominica* (F.) and *Tribolium castaneum* (HERBST) occur in mid and southern France and in Portugal and Spain. *Trogoderma granarium* (EVERTS) is only a pest locally in heated buildings.

Experience in Great Britain and elsewhere indicates that outbreaks of the so-called secondary pests such as *O. surinamensis* and *C. ferrugineus* can occur in bulks of grain in the absence of primary pests such as *S. granarius* or *Sitotroga cerealella*. The larvae of *Oryzaephilus* and *Cryptolestes* feed in the germ and on broken grains and any bulk which has been harvested by combine or moved a number of times by mechanical means normally contains many damaged grains on which such species can develop.

Mites tend to flourish in grain whose moisture content exceeds 14 p. 100. In Great Britain and generally in N. W. Europe, the species found most commonly in grain are *Acarus siro*, *Glycyphagus destructor* (SCHR.), various species of *Tyrophagus* (especially *palmarum* OUDS, *longior* GERV.) and *putrescentiae* (SCHR.) and the predatory mite *Cheyletus eruditus* (SCHR.). Mites tend to become more important as one moves eastwards in Europe and less southwards, especially in those regions where grain moisture content is low and temperatures are high.

The indigenous populations are added to by insects and mites introduced on imported grain and if conditions are favourable, e. g. high grain temperatures due to damp grain heating or artificial heating in storage buildings, cold susceptible species may cause severe outbreaks even as far north as Sweden (MATHLEIN, 1961). The risk of introduction of particular species from various countries is given in tables 2-5, based on the inspection of grain imported into Great Britain in 1971.

TABLE 3

Infestation of barley imported into Great Britain during 1971.
Number of cargoes inspected and infested and occurrence of principal species of insects and mites

Country of origin	Inspected	Infested	p. 100 Infested	*Ephestia cautella*	*Plodia interpunctella*	*Sitophilus granarius*	*Tribolium castaneum*	*Oryzaephilus surinamensis*
Australia	29	12	41	11		1	2	1
Canada	66	2	3		2			
France	8	1	12.5			1		
Sweden	7	0						
Holland	6	0						F
Others (1)	6	0						
Total	122	15	12	11	2	2	2	1

(1) Belgium (1), Germany (2), U. S. A. (3).

TABLE 4

Infestation of maize imported into Great Britain during 1971.
Number of cargoes inspected and infested
and occurrence of principal species of insects and mites

Country of origin	Inspected	Infested	p. 100 infested	*Sitophilus oryzae*	*Sitophilus zeamais*	*Sitophilus granarius*	*Cryptolestes* spp.	*Oryzaephilus surinamensis*	*Tribolium castaneum*	*Tenebroides mauritanicus*	*Ephestia cautella*	*Sitotroga cerealella*	*Plodia interpunctella*	*Acarus* spp.
United States	182	11	6	3	3	3	1	—	1	2	1	—	2	—
France	64	10	15.6	1		6	—	—	—	—	—	—	—	1
South Africa	29	7	24	—	—	—	—	1	1	—	5	—	1	—
Argentina	25	9	36	1	2	—	—	—	1	—	6	1	1	—
Canada	11	0	0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Brazil	10	10	100	—	9	—	4	—	8	—	6	5	6	1
Kenya.....	2	1	—	—	—	—	—	—	1	—	1	—	—	—
Total	323	48	14.9	5	14	9	5	1	12	2	19	6	10	2

TABLE 5

Infestation of rice imported into Great Britain during 1971.
Number of cargoes inspected and infested
and occurrence of principal species of insects and mites

Country of origin	Inspected	Infested	p. 100 infested	*Sitophilus granarius*	*Sitophilus oryzae*	*Sitophilus zeamais*	*Tribolium castaneum*	*Tenebroides mauritanicus*	*Ahasverus advena*	*Alphitobius diaperinus*	*Oryzaephilus mercator*	*Oryzaephilus surinamensis*	*Ephestia cautella*	*Corcyra cephalonica*	*Trogoderma granarium*
United States	94	10	10.6	—	1	—	1	0	—	—	1	2	8	—	—
Australia	77	5	6.5	—	—	—	3	1	—	—	—	—	3	—	—
Argentina	35	8	22.9	—	1	—	—	—	—	—	—	—	7	—	—
Italy	27	5	18.5	4	3	—	—	2	—	—	—	1	—	—	—
Thailand.....	26	24	92.3	—	7	3	24	2	10	1	5	14	8	1	—
China	25	11	44	1	2	2	5	1	1	—	—	2	2	1	—
Burma	21	19	90.5	—	—	—	18	3	3	3	10	5	10	4	2
Malaysia-Singapore ..	19	6	31.6	—	—	—	3	—	—	—	—	—	3	1	—
Pakistan	12	5	41.8	—	—	—	5	—	—	—	—	—	3	—	—
Others (1)	20	11	—	1	1	—	7	—	—	—	—	2	7	2	—
Total	356	104	29.2	6	15	5	66	9	14	4	16	26	51	9	2

(1) Brazil 2 (1 infested) ; Canada 1 ; France 2 (1) ; Guyana 2 (2) ; India 2 (2) ; Israel (1) ; Kenya 3 (2) ; Spain 2 ; Tanzania 1 (1) ; Uruguay 3 (2) ; St Vincent (West Indies) 1.

On 16.4 p. 100 of the 719 cargoes of wheat were infested, 12 p. 100 of the 122 of barley, 15 p. 100 of 323 of maize and 29 p. 100 of 356 of rice. The worst infested wheat was from France, 16 p. 100 of cargoes infested mainly by *Sitophilus granarius* ; 41 p. 100 of the barley cargoes from Australia were infested, principally by *Ephestia cautella* ; all maize from Brazil was infested ; 92 p. 100 of cargoes of rice from Thailand and 91 p. 100 of those from Burma were heavily infested by a wide range of insects including *Trogoderma granarium.*

The extent to which each species, whether indigenous or introduced, will be successful in increasing its numbers in any particular bulk of grain depends on a number of factors. However, each species of insect or mite has, generally, differing limiting conditions of relative humidity (and hence moisture content of the grain) and temperature and different habits and mode of attack, such that slight changes in these conditions may make all the difference between success or failure in attack. Different species, too, increase most rapidly in numbers at a particular combination of temperature and moisture content and, within the grain, this may determine which of several species present will become the dominant pest (fig. 1). The main-

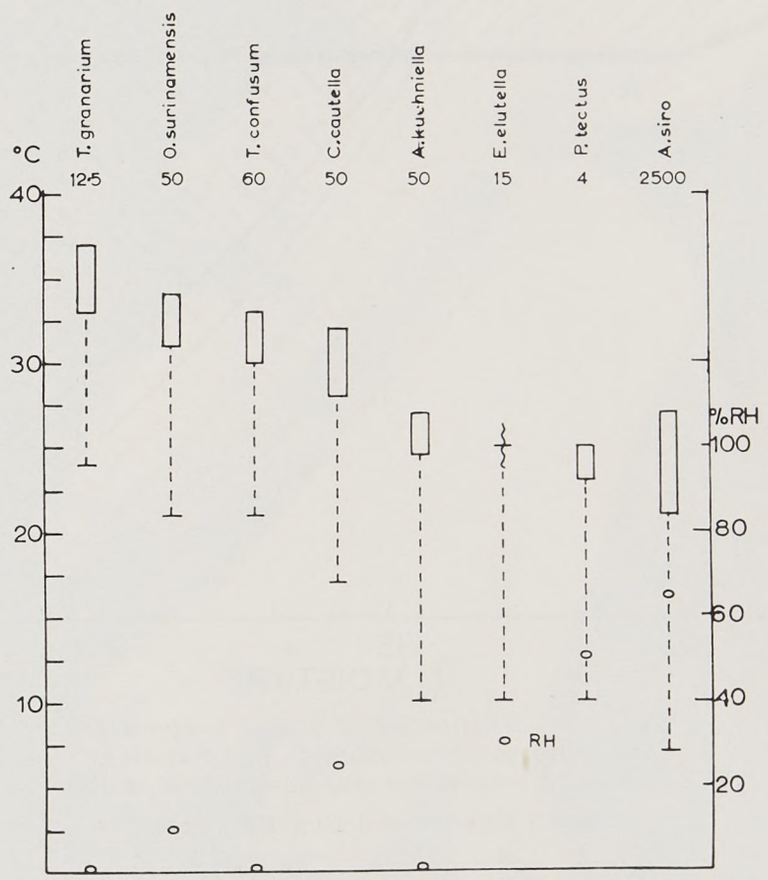


Fig. 1. — *Optimum and minimum conditions of temperature and relative humidity and maximum rate of increase of populations per linear month for*

Trogoderma granarium
Oryzaephilus surinamensis
Tribolium confusum
Ephestia (*Cadra*) cautella
Ephestia (*Anagasta*) kuehniella
Ephestia elutella
Ptinus tectus
Acarus siro

(data from Howe 1965)

tenance of grain bulks at temperatures below about 12-15°C suffices to prevent increase of most insect populations, but does not affect some species of mites which may increase virtually down to 0° C (fig. 2).

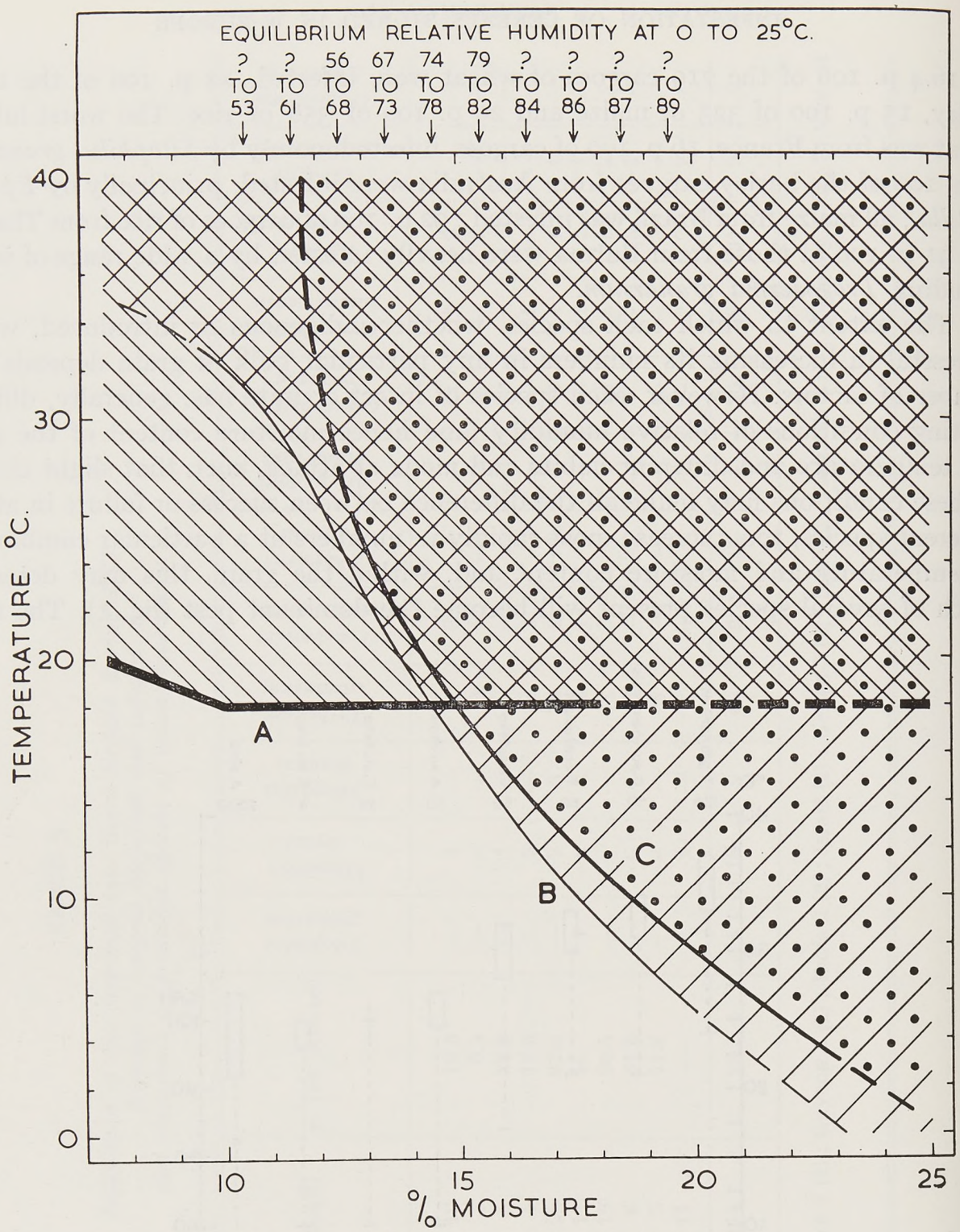
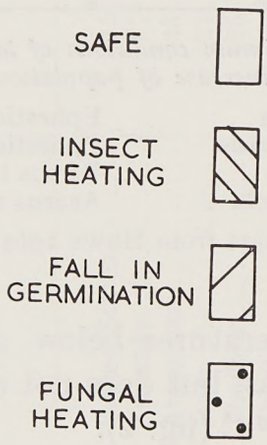


FIG. 2. — *Relationship of storage temperature and grain moisture content to insect heating, reduction in germination and damp grain heating*

(from BURGES and BURRELL, 1964)



III. — DAMAGE, LOSS AND GRADING STANDARDS

What is the nature of the damage done by insect and mite pests of grain which makes it necessary to control them?

The most important direct effects are the following.

a) Loss of weight due to destruction of dry matter, such as endosperm by the weevils (fig. 3). Some loss of weight is also caused when grain has to be cleaned because of fouling by webbing and droppings produced by moth larvae.

FIG. 3. — *Maize cob damaged by* Sitophilus zeamais *with undamaged cob for comparison*

b) Loss of germinative power in grains for seed and malting due to destruction of embryo by moth larvae, by beetles or by mites (fig. 4). Such damage also causes disproportionate loss of valuable nutritive elements.

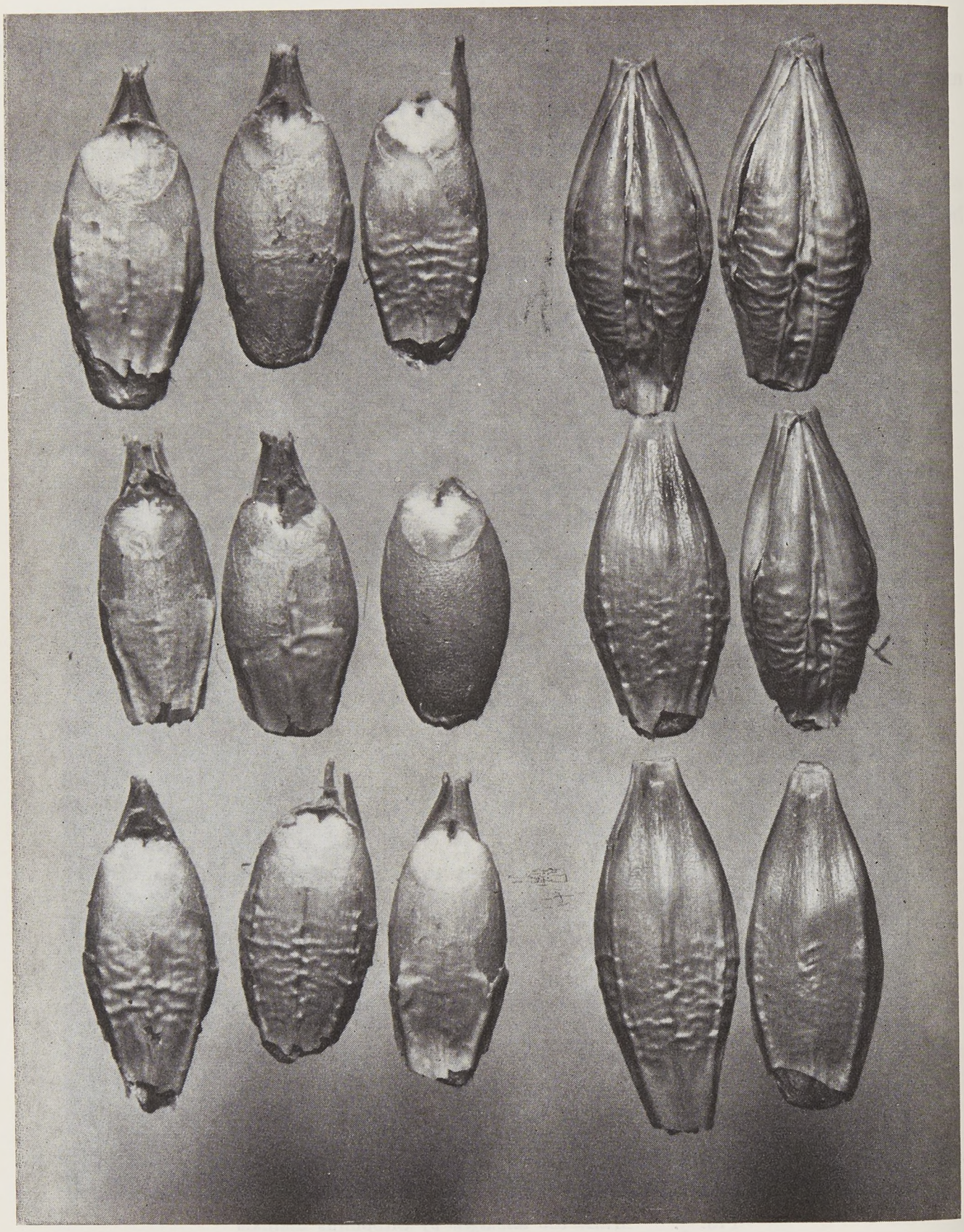


FIG. 4. — *Barley degerminated by* Oryzaephilus surinamensis *with undamaged grains for comparison*

c) Spontaneous heating caused by the increase of insect populations within a bulk, the insects eventually being driven to the periphery because the temperature within rises to a lethal level — normally a maximum of 42°C. The main danger, however, from such spontaneous heating caused by insects — « dry grain » heating — is that the redistribution of grain moisture along the temperature gradients from the hot interior to the cooler periphery may raise the grain moisture content locally to a level at which « damp grain » heating caused by moulds can start. Increase of moisture content at the surface may be such that the grain sprouts. In this way, a small initial infestation may result in a useless mouldy and sprouted mass (fig. 5).

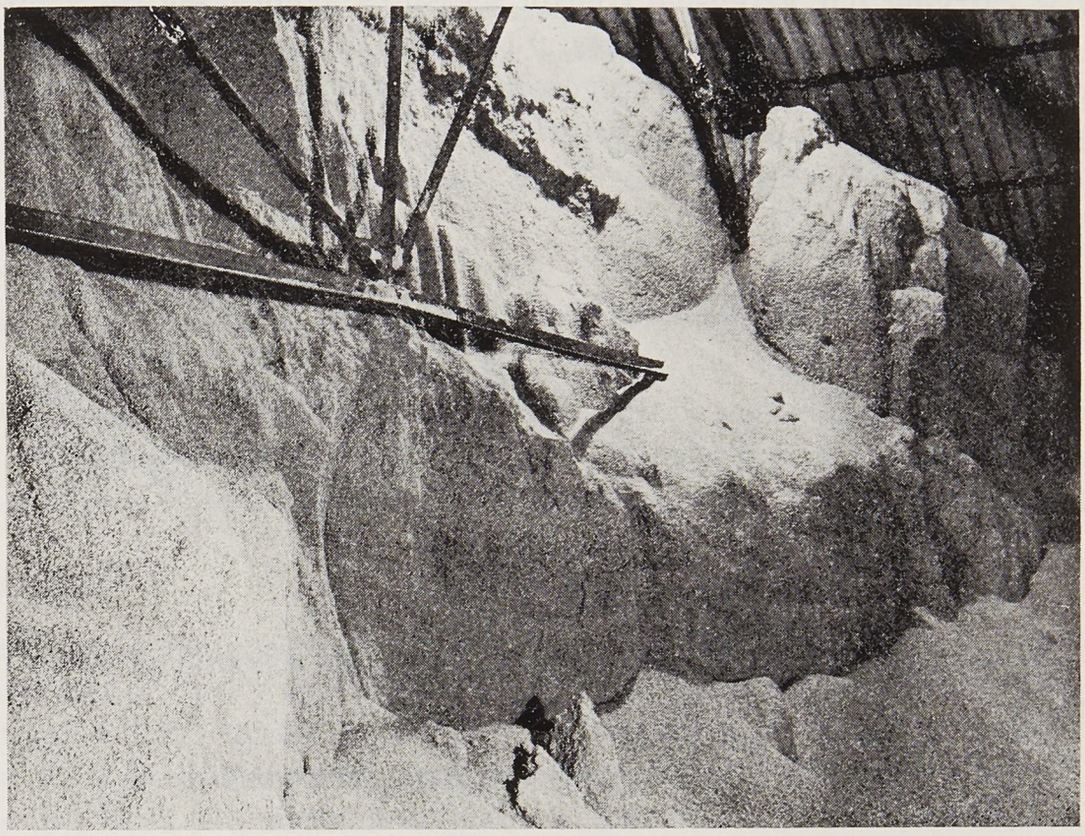


FIG. 5. — *Wheat caked following an outbreak of* Cryptolestes ferrugineus

Damage of these kinds may well not only result in less grain being available for the original intended use (e. g. reduction in flour yield when infested wheat is milled) but diversion to some other less profitable use. Wheat which is too heavily infested may produce a flour with too high account of insect fragments to be acceptable in some countries. Degermed grain similarly cannot be used for seed or malting.

The actual damage resulting from infestation or the potential damage represented by the presence of insects or mites is recognised in national and international trade by clauses in contracts regarding transactions in grain and in the various official grain grading regulations, which place limits on the amount of insect damage and which may or may not tolerate the presence of living insects or mites. Thus, the canadian and australian regulations accept no tolerance for living insects in wheat for export ; the USA ones allow one live weevil (*Sitophilus granarius, S. oryzae, R. dominica*) or a larger number of other insects per kilogramme of wheat or maize ; the South African regulations allow a tolerance of one live weevil (as the USA definition) or five other insects per 4 lb (say 2 kg) sample. Perhaps the strictest standard today is that of the Common Market Commission for grain pur-

operation of in-ship fumigation and the use of contact insecticides in ships' holds is the subject of a recent recommendation of the Inter Governmental Maritime Consultative Organisation (I. M. C. O.).

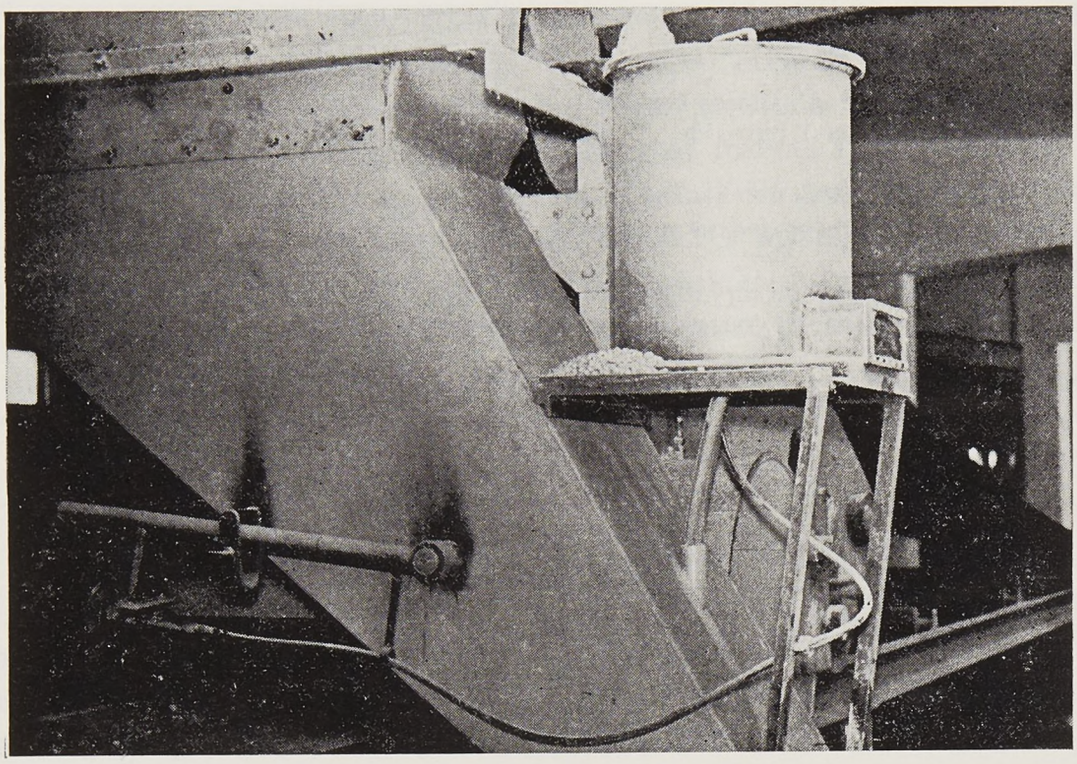


FIG. 6. — *Automatic dispenser for aluminium phosphide tablets* (Phostoxin) *for fumigation of grain*

3. *Constraints in the use of chemicals.*

These chemical methods of control provide means for preventing or controlling infestations occurring in most situations arising during the storage of grain, although there is room for improvement and for the introduction of new chemicals and techniques.

However, they are under attack from two main aspects.

The first is from those national and international authorities which seek, for the purpose of safeguarding human and animal health and the environment, to limit the use of such chemicals, sometimes on grounds which apply more to their use in the field than the store. Discrepancies between the advice from international bodies (tabl. 7) regarding the tolerated levels of pesticide residues in food and national requirements may limit the use of certain pesticides during storage if there is a chance that the grain may be intended for export to a particular destination. Special difficulties of this kind arise at present in respect of the use of lindane and malathion on cereals for export to W-Germany and lindane to the Netherlands.

Individual processors may also have special requirements, as for example the ban on malathion for treatment of malting barley purchased by one british firm apparently for fear of taint in distilled alcoholic drinks.

The second is from the appearance of resistance to certain insecticides, acaricides and fumigants amongst a number of the major grain pests (tabl. 8 — contact insecticides).

Since it is difficult to envisage replacement of chemical by non-chemical tech-

TABLE 7

International regulation of pesticide residues

(A) The following organisations are concerned with some aspects of regulation of pesticide residues.

FAO/WHO : Joint meeting on pesticide residues.

FAO/WHO : Food standards programmes.
Codex Alimentarius : Committee on Pesticide Residues.

Council of Europe (Partial Agreement) Public Health Committee. Sub-Committee on poisonous substances in Agriculture Recommendation (AP (64)1) on the importation of cereals treated with pesticides.

European Economic Commission.

Harmonisation of laws and regulations in crops and food products field with special reference to pesticide residues in cereals, animal feeds and foodstuffs of animal origin.

(B) List of tolerances for certain pesticide residues in raw cereals under consideration or recommended by the Codex Committee on Pesticide Residues in 1971.

Compound	Limit p.p.m.	Notes
Dichlorvos	2.0	temporary tolerance
Lindane	0.5	temporary tolerance
Malathion	8.0	tolerance
Piperonyl butoxide	20	temporary tolerance
Pyrethrins	3.0	— —
Hydrogen cyanide	75	tolerance
Hydrogen phosphide	0.1	tolerance
Inorganic bromide	50	tolerance

Some National Requirements

	France	Germany	Netherlands
Lindane	5.0	0.1	0.5
Malathion	8.0	3.0	8,0
Pyrethrins	10.0	Not stated	Not stated

niques, except for strictly limited situations, two main lines of investigation are being pursued at Pest Infestation Control Laboratory. On the one hand, it is necessary to find new chemicals and to improve existing techniques for their use aimed especially at making them more economical and efficient and reducing effects on materials treated, especially pesticide residue levels.

TABLE 8

The occurrence of insecticide resistance in stored-product pests
(DYTE, 1970)

Species	Compounds to which resistant						
	Malathion	Other organo-phosphates	Carbamates	DDT	Lindane	Pyrethroids	
Oryzaephilus surinamensis	×		×				
Sitophilus granarius		×	×	×		×	
Sitophilus oryzae	×	×		×	×		
Sitophilus zeamais.....					×		
Tribolium castaneum	×	×	×	×	×	×	
Tribolium confusum	×			×			
Trogoderma granarium.....	×						
Ephestia cautella	×					×	
Plodia interpunctella	×					×	
* *Rhyzopertha dominica*	×				×		Recent discovery in imported grain

On the other hand, it is important to discover the physiological mechanisms of the effects of insecticides with special reference to insecticide resistance and to find out the extent to which resistance to particular pesticides already exists throughout the world. A world-wide survey is at present being carried out jointly by F. A. O. (The Food and Agriculture Organisation of the United Nations) and C. S. I. R. O. (Commonwealth Scientific and Industrial Research Organisation of Australia), based on the Pest Infestation Control Laboratory, Slough ; from the results of this survey, one may be able to forecast the rate at which existing resistant strains may be spread in international trade. There is a risk that strains of grain pests resistant to malathion may well first appear in Australia where this insecticide has been used on a wide scale since 1961 for prophylactic treatment of wheat, combined with other measures such as fumigation with methyl bromide, hydrogen cyanide and hydrogen phosphide and cooling by aeration. Up to 1961, over 70 p. 100 of all cargoes of Australian wheat arriving in Great Britain were infested ; between 1961 and 1965, the rate fell rapidly each year and since that time virtually all cargoes have been entirely free (fig. 7).

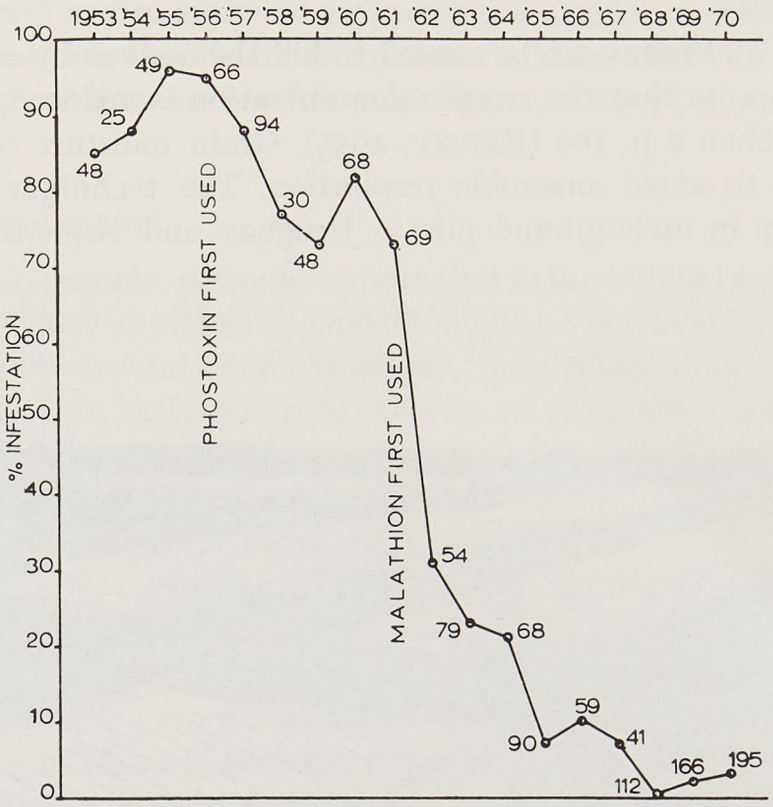


FIG. 7. — *Infestation of australian wheat imported into Great Britain 1953-1970, to show effects of treatment by malathion started in 1961*

(p. 100 infestation is the percentage of cargoes inspected in which insects were found)

C. — *Control by other methods*

Alternative insecticides may be found to which resistance may not develop, but this seems unlikely in principle, and it is important that other methods of control should be developed which do not depend on the direct killing of insects and mites by chemicals whether manufactured in factories (e. g. malathion), in plants (e. g. pyrethrins) or in micro-organisms (e. g. spores and crystals produced by *Bacillus thuringiensis*).

1. *Breeding resistance to attack into the grain.*

The increased susceptibility to attack of maize cobs having short sheath leaves has been mentioned. Plant breeders, entomologists and acarologists should carry out joint studies to see if characters could be bred into cereals to offer increased resistance to attack by storage insects and mites. Initial work is in progress at the Tropical Stored Products Centre at Slough on the inherent susceptibility to attack of various maize varieties.

2. *Manipulation of the environment.*

Cooling.

The cooling of grain by ventilation with ambient air so as to keep its temperature below 12-15°C has already been mentioned. This is most economic when the air does not have to be artificially cooled and when relative humidity of the ingoing air is not too high. Cooling does not necessarily prevent surface infestation by mites and moth larvae. Refrigerated air may also be used.

Hermetic storage.

Grain insects and mites can be caused to kill themselves by storing grain under gas tight conditions so that the oxygen concentration is reduced, by respiration of the pests, to less than 2 p. 100 (BAILEY, 1955). Grain moisture content should not exceed 14 p. 100 to avoid anaerobic respiration. The technique has been mainly used commercially in underground pits in Uruguay and Argentina (fig. 8 and 9).

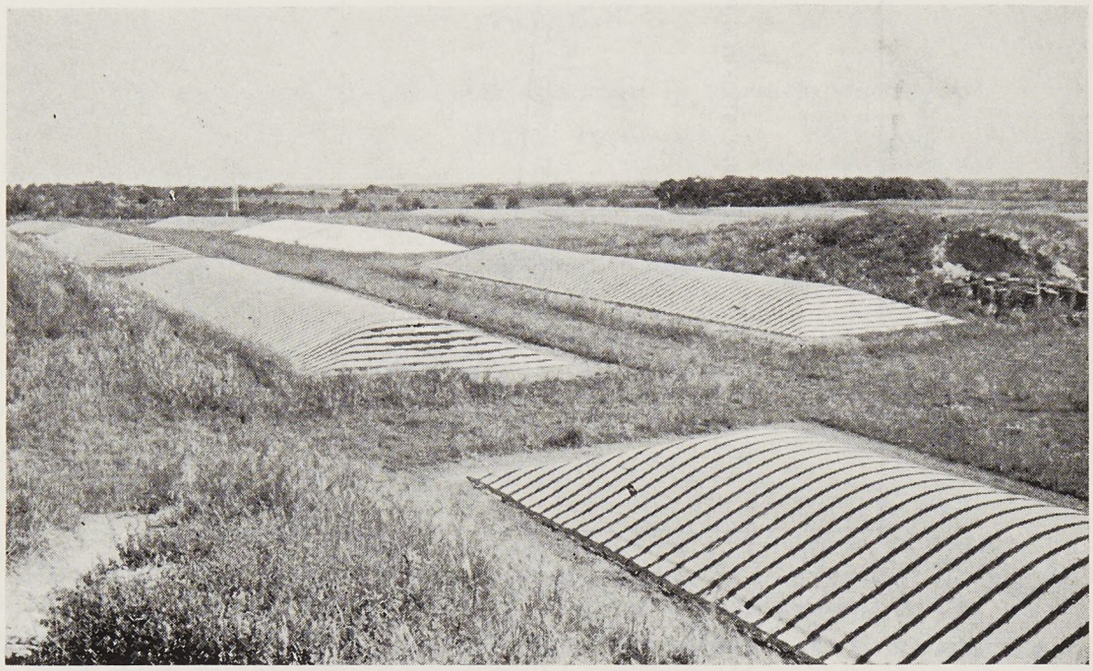


FIG. 8. — *Hermetic storage of grain : sealed underground pits in Uruguay*

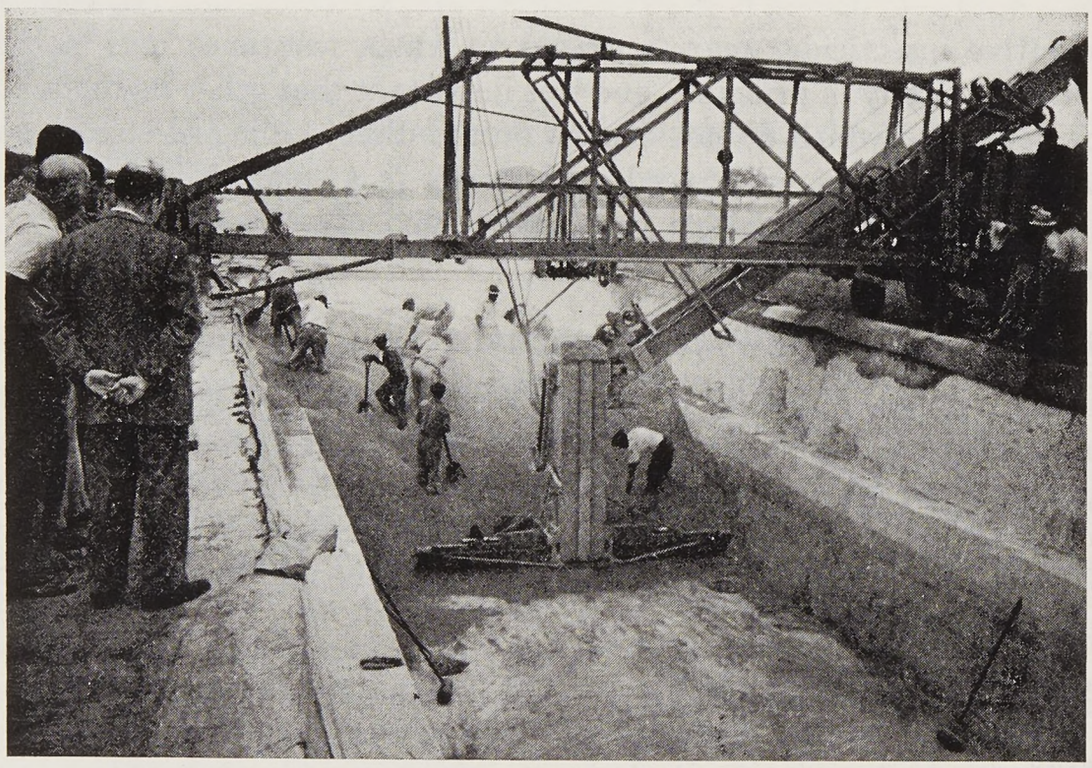


FIG. 9. — *Hermetic storage of grain : unloading an underground storage pit in Argentina*

Instead of waiting for insect respiration to reduce the oxygen concentration to less than 2 p. 100, it should be possible to do this artificially by purging the interstitial grain atmosphere with carbon dioxide or nitrogen (HAREIN and PRESS, 1967) in suitably equipped silos, or by absorbing the oxygen in a suitable reagent and

replacing it with carbon dioxide or nitrogen in a silo fitted for circulatory fumigation. Alternatively the carbon dioxide concentration could be raised to at least 40 p. 100 for 7-10 days by adding carbon dioxide (Bailey, 1955 ; Jay, Redlinger and Laudani, 1970).

3. *Classical biological control.*

On theoretical grounds, it would appear that in the isolated ecological conditions of the grain bulk, classical biological control might be practicable, especially if grain remained in store for several years. However, the damage done by the host before the parasite population built up could well be unacceptable ; success is uncertain compared with traditional methods and the need for skilled professional advice in application makes this technique unlikely to be employed so long as the immeditaly effective chemicals can continue to be used.

However, naturally occurring populations of predatory mites (*Cheyletus eruditus*) have been observed to eliminate populations of *Acarus siro* and *Glycyphagus destructor* in grain stored in Great Britain (Norris, 1958) and predators have been used deliberately for the same purpose in Czechoslovakia (Pulpan and Verner, 1965).

The feasibility of classical biological control of insects and mites in grain is at present under study at the Pest Infestation Control Laboratory.

4. *Mechanical methods.*

Experimental disturbance of grain, simulating the turning of grain through the normal machinery of storage elevators, has been shown to kill larval stages of grain weevils (Bailey, 1969) and considerably to reduce populations of mites. These, however, have great potentialities for recovery in numbers so that such treatments are likely to be palliative only.

5. *Irradiation.*

Insects in grain can be sterilised by gamma radiation from a ^{60}Co source or by electrons from an electron accelerating machine (Cornwell and Bull, 1960). Sterilising dosages of 16 000-20 000 rep. do not apparently have any adverse effect on wheat. Such treatments are similar to fumigation in that grain is susceptible to re-invasion after treatment, unlike the continuing protection given by residual insecticides. Irradiation, however, needs special installations and it is uneconomical except for continuous treatment of very large bulks of grain.

It well be noted that all these alternative techniques apply to the treatment of grain itself. There are no effective substitutes for insecticides and acaricides used for the disinfestation of empty structures.

6. *Hormones and pheromones.*

Work on the physiology of insects offers some other possibilities, which may involve the use of hormones or pheromones to influence the behaviour or development of insects without necessarily killing them immediately.

Two aspects are under investigation at the Pest Infestation Control Laboratory. The first concerns the possible use of juvenile hormones or their synthetic analogues. Such materials may be mixed with grain and it has been shown experimentally that

not only do they prevent or delay pupation, but that they are lethal to eggs and adults, such that at appropriate dosages complete control can be achieved. More damage than occurs when conventional residual insecticides are used may have to be tolerated, especially that caused by abnormally large larvae, but juvenile hormones offer the possibility of high selectivity to insects with little or no apparent human toxicity although extensive trials will be necessary to establish their safety. It has, however, also been found that insects resistant to malathion and other contact insecticides also show cross resistance to juvenile hormone (DYTE, 1972), so that their use may not necessarily be an alternative to conventional chemicals.

The second is the use of pheromones. It is possible for these to be used in traps to catch female moths before they can mate and lay eggs, or to saturate the atmosphere in storage rooms so that the mating behaviour is upset and insects cannot mate sucessfully. Again, because of the difficulties of using such techniques in bulk grain, it is possible that these materials may be used for treatment of insect populations in residues or for moths such as *Sitotroga cerealella* outside and inside granaries, and *Plodia interpunctella*, *E. elutella* and *E. cautella* inside.

V. — CONCLUSIONS

It will by now be evident that for many years we shall have to rely on the continued use of chemicals, especially for the treatment of empty warehouses before grain is taken in, the protection of bulks from infestation and for the disinfestation of infested lots, although where temperature conditions allow the latter may be effected by cooling.

Over the past 10 years or so, the marked reduction in infestation of grain imported into the United Kingdom (and into other European countries) and the reduction in infestation of grain produced and stored within those countries, has been due mainly to the use of contact insecticides such as malathion and fumigants such as methyl bromide and hydrogen phosphide. Less infestation in imports has reduced the risk of introduction and spread of insects — and to a lesser extent of mites — and has made the task of preventing infestation easier in indigenous stocks. The user of grain has become used to receiving it free from insects and insect damage and expects to do so in future. If grain deliveries are infested, he will not be content with explanations regarding residue limits and insecticide resistant insects. It is important that permitted techniques should be used to the full and new ones developed so that those responsible for the storage of grain may be sure of being able to deliver it fit for the original intended uses.

The use of more sophisticated techniques for prevention and control of infestation in grain may involve a much higher degree of professionalism in their practical application than is necessary for existing chemical methods. This emphasizes the need for advisory services available to all sectors of the grain storage industry and not solely to farmers. Such advisory services can ensure that the results of research are rapidly put into practice and, conversely, that problems arising in the storage and handling of grain can be expertly identified and referred for the attention of research workers for solution.

RÉSUMÉ

PROBLÈMES D'INFESTATION PAR DES INSECTES ET DES ACARIENS DE CÉRÉALES STOCKÉES EN EUROPE OCCIDENTALE

La présence de diverses espèces nuisibles d'insectes et d'acariens dans les céréales au cours du stockage dépend des conditions climatiques, des méthodes de stockage et des risques de contamination par des céréales importées et d'autres produits agricoles.

On examine la nature et l'importance des dégâts et des pertes effectifs et prévisibles par rapport aux exigences des utilisateurs, des normes officielles et des règlements internationaux.

On expose les diverses méthodes de prévention et de contrôle en insistant spécialement sur les limitations croissantes imposées pour l'emploi des agents chimiques, du fait de la résistance acquise par les insectes et les acariens, et du fait de considérations d'hygiène publique. On examine les recherches entreprises pour la mise au point d'autres techniques.

ZUSAMMENFASSUNG

AUFGABEN BEI SCHÄDLINGSBEFALL DURCH INSEKTEN UND MILBEN VON IN WEST-EUROPA GELAGERTEM GETREIDE

Das Vorkommen von verschiedenen Insektenarten und Milben als Getreideschädlinge steht im Zusammenhang mit Klima, Lagerungsmethoden, Gefahr von Verschleppung aus eingeführtem Getreide und anderen landwirtschaftlichen Waren.

Die Art und der Umfang von Schaden und Verlust sind in bezug auf die Anforderungen von Getreide — Käufern, von den amtlichen Getreide — Normen und von den Käufern in anderen Länden beschrieben.

Verschiedenen Massnahmen und Bekämpfungsmethoden in bezug auf der Beschränkung von chemische-Insektizids-Gebrauch wegen den Insekten — und Milben — Widerstand und den öffentlichen Gesundheits Betrachtung überblickt sind.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Bailey S. W., 1955. Air-tight storage of grain ; its effect on insect pests. 1. *Calandra granaria* L. (Coleoptera, Curculionidae). *Austral. J. agr. Res.*, **6** (1), 33-51.

Bailey S. W., 1962. The effects of percussion on insect pests of grain. *J. econ. Ent.*, **55**, 301-304.

Bailey S. W., 1969. The effects of physical stress on the grain weevil, *Sitophilus granarius*. *J. stored Prod. Res.*, **5**, 311-324.

Burges H. D., Burrell N. J., 1964. Cooling bulk grain in the british climate to control storage insects and to improve keeping quality. *J. Sci. Food Agric.*, (1), 32-50.

Cornwell P. B., Bull J. O., 1960. Insect control by gamma irradiation : an appraisal of the potentialities and problems involved. *J. Sci. Food Agric.*, (11), 752-768.

Dyte C. E., 1970. Insecticide resistance in stored-products insects with special reference to *Tribolium castaneum*. *Trop. stored Prod. Inf.* (slough), (20), 13-18.

Dyte C. E., 1972. Resistance to synthetic juvenile hormone in a strain of the flour beetle, *Tribolium castaneum*. *Nature, London*, **238** (5358), 48-49.

European economic commission, 1971. Procedures and conditions under which intervention agencies take charge of cereals. Commission Regulation 1492-71. *Official Journal of European Communities*, L 157 of 14-7-71.

Griffiths D. A., 1964. Experimental studies on the systematics of the genus *Acarus* linneus, 1758 (Sarcoptiformes, Acarina). *Proc. Ist Int. Congr. Acarol. Fort Collins*, 1963. *Acarologia*, 6. (Suppl. part) 1964, 101-116.

Harein P. K., Press Jr. A. F., 1967. Mortality of *Tribolium castaneum* (herbst) (Coleoptera, Tenebrionidae) in simulated peanut storages purged with carbon dioxide and nitrogen. *J. stored Prod. Res.* (3), 91-96.

Howe R. W., 1965. A summary of estimates of optimal and minimal conditions for population increase of some stored products insects. *J. stored Prod. Res.*, (1), 177-184.

I. M. C. O., 1971. *Recommendations on the safe use of pesticides in ships*. Inter governmental maritime Consultative Organisation, London. MSC/Circ. 108. Sept. 1971.

Jay E. G., Redlinger L. M., Laudani H., 1970. The application and distribution of carbon dioxide in a peanut (groundnut) silo for insect control. *J. stored Prod. Res.*, (6), 247-254.

Mathlein R., 1961. Studies on some major storage pests in Sweden, with special reference to their cold resistance. *Statens Vaxtskyddsanstalt Medd.* Stockholm 12, 83.

Norris J. D., 1958. Observations on the control of mite infestations in stored wheat by *Cheyletus* spp. (Acarina, Cheyletidae). *Ann. appl. Biol.*, **46** (3), 411-422.

Pulpan J., Verner P. H., 1965. Control of *Tyroglyphoid* mites in stored grain by the predatory mite *Cheyletus eruditus* (schr.). *Can. J. Zool.*, **43**, 417-432.

Stockel J., 1967. Problèmes posés par l'alucite des céréales dans le Sud-Ouest de la France. *Rev. Zool. agric. appl.*, 4-6.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (3), 531-540.

INFLUENCE DE LA TENEUR EN EAU DES GRAINS STOCKÉS SUR LE DÉVELOPPEMENT DES POPULATIONS D'ACARIENS

F. FLEURAT-LESSARD et P. ANGLADE [1]

Centre d'Études techniques interprofessionnel des Oléagineux métropolitains,
173, avenue Victor Hugo,
75016 Paris (France)

Laboratoire de Recherches sur les Ennemis des Denrées,
Centre de Recherches de Bordeaux, I. N. R. A.,
33140 Pont de la Maye (France)

RÉSUMÉ

A partir d'analyses simultanées de la faune d'acariens et de la teneur en eau d'échantillons de graines de colza prélevés dans 45 silos du Sud-Ouest de la France, on a montré l'existence d'une bonne corrélation entre les teneurs en eau des graines et le développement des populations d'acariens. Celles-ci paraissent ne pouvoir se maintenir qu'à des taux d'humidité supérieurs à 8 p. 100 et n'atteindre des niveaux élevés qu'au-dessus de 10 p. 100.

On a montré par ailleurs que l'espèce dominante, *Tyrophagus putrescentiae* SCHR., se nourrit aux dépens de la mycoflore de stockage et présente une affinité particulière pour certaines espèces présumées attractives et qui lui assurent une meilleure fécondité. Or ces espèces sont justement les plus largement réparties dans les stocks de colza et ne commencent à se développer en abondance qu'à partir d'une teneur en eau d'environ 10 p. 100.

Indépendamment de l'effet direct sur les acariens d'une forte humidité relative de l'atmosphère intergranaire (entre 75 et 95 p. 100), celle-ci favorise la croissance des micro-organismes, base de l'alimentation des acariens qui trouvent alors réunies toutes les conditions d'une augmentation rapide de leur population, capable de se maintenir dans les locaux de stockage.

On connaît depuis longtemps l'influence de l'humidité relative de l'air sur le développement des insectes et des acariens des stocks de céréales. Pour les acariens en particulier, par suite de la nature de leur cuticule, le déficit de saturation de l'air est un facteur clé de la survie des individus et du taux d'accroissement des

[1] Travail réalisé au Laboratoire de Recherches sur les Ennemis des Denrées, Centre de Recherches de Bordeaux, I. N. R. A., 33140 Pont de la Maye, à la demande et avec le concours financier du C. E. T. I. O. M.

populations. Les formes mobiles des acariens ne survivraient pas au-dessous de 60 à 65 p. 100 d'HR et l'optimum de développement serait voisin de 85 p. 100 (GOLEBIOWSKA, 1969). Dans les conditions habituelles du stockage, l'humidité relative de l'atmosphère interstitielle est en équilibre dynamique avec la teneur en eau des graines, équilibre qui se traduit par des courbes isothermes de sorption (MULTON, POISSON et GUILBOT, 1969). On pouvait donc penser que les pullulations d'acariens, parfois signalées en France dans les stocks de céréales et de colza, étaient liées à la conservation de lots à de trop fortes teneurs en eau. Une première vérification de cette hypothèse a été réalisée sur l'acarien *Tyrophagus putrescentiae* SCHR. sur colza.

Les méthodes utilisées et les données obtenues pourront servir à une étude future sur céréales.

ÉTUDE DES LIAISONS ENTRE LA TENEUR EN EAU ET LES TAUX D'INFESTATION PAR LES ACARIENS PAR ANALYSE D'ÉCHANTILLONS PRÉLEVÉS EN SILO

1. — *Techniques utilisées*

Durant l'hiver 1972-73, on a procédé à des prélèvements d'échantillons de colza de 400 g environ dans 44 silos, répartis dans 26 centres de stockage de 7 départements de l'Ouest et du Sud-Ouest de la France. Les prélèvements ont été réalisés à la sonde à une profondeur de 1 m à 2,5 m dans la masse du grain et dans certains cas également en surface (0 à 20 cm), soit 13 paires surface-profondeur dans les mêmes silos, 26 échantillons de profondeur sans équivalent en surface et 5 échantillons de surface sans équivalent en profondeur.

Placés en sachets de polyéthylène, les échantillons sont transportés au laboratoire et examinés dans les 48 heures. Les teneurs en eau sont estimées à 0,1 p. 100 près par passage de sous-échantillons de 10 g $\pm$ 0,1 mg à l'étuve Chopin à 102°C pendant 17 heures.

L'estimation des taux d'infestation d'acariens est réalisée selon la technique suivante déjà décrite par ailleurs (FLEURAT-LESSARD, 1973) : l'extraction des acariens est effectuée à l'appareil de Berlèse par dessèchement lent de 2 sous-échantillons de 25 g pendant 72 heures minimum. Après dénombrement par la méthode du disque de SOLOMON (1945), les taux d'infestations sont exprimés en nombre d'acariens formes mobiles pour 100 g de graines.

2. — *Résultats*

Sur 39 silos, la teneur en eau moyenne des échantillons prélevés en profondeur dans la masse de graines est de 7,9 p. 100 avec des valeurs extrêmes de 5,7 et 10,9 p. 100. Le taux moyen d'infestation d'acariens, 40 individus aux 100 g avec des valeurs extrêmes de 0 à 900, y reste relativement faible. Par ailleurs, une absence totale d'acariens est relevée dans 11 échantillons. Ceux-ci proviennent de silos où la teneur moyenne en eau des graines est de 6,9 p. 100, plus faible que la moyenne générale, avec une limite supérieure moins élevée (8,1 p. 100).

TABLEAU I

Comparaison des teneurs en eau du colza et des taux d'infestation d'acariens
(nombre de formes mobiles aux 100 g de graines)
dans des échantillons prélevés en surface (S) *et en profondeur* (P) *dans les mêmes silos*

N° silos	Surface (S)		Profondeur (P)		Accroissement S/P	
	H_2O p. 100	Acariens	H_2O p. 100	Acariens	H_2O	Acariens
1	9,5	12	8,4	36	1,13	0,3
2	9,6	3 000	8,3	364	1,16	8,2
3	9,4	304	8,0	168	1,18	2,1
4	8,8	208	7,2	8	1,22	26,0
5	10,3	3 120	8,4	48	1,23	65,0
6	10,3	14 160	8,3	168	1,24	84,3
7	10,5	15 840	8,4	136	1,25	116,5
8	11,9	128	9,1	84	1,31	1,5
9	8,9	216	6,7	0	1,33	—
10	11,5	6 960	8,4	232	1,37	30,0
11	11,5	11 700	8,3	32	1,40	365,6
12	8,5	20	5,7	0	1,56	—
13	10,6	12	6,1	0	1,74	—
Moyenne	10,1	4 280	7,8	98		

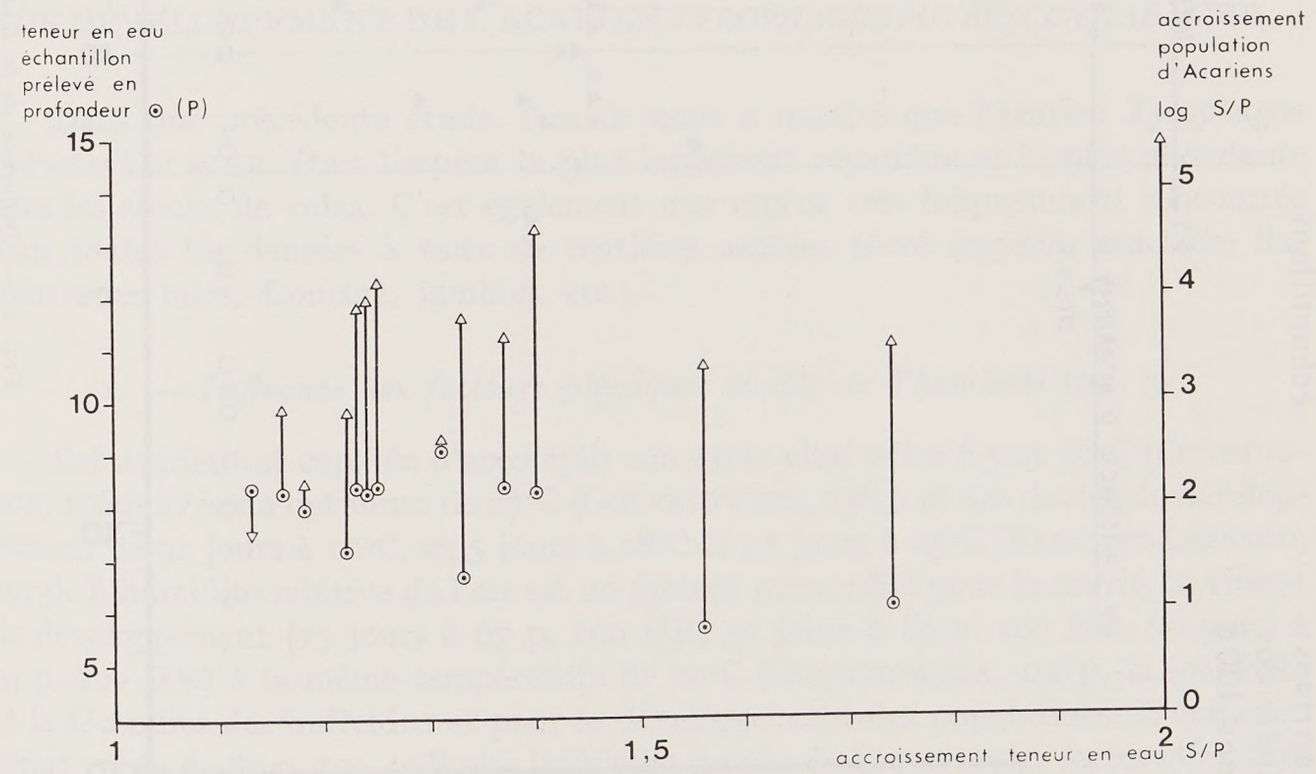


FIG. 1. — *Corrélation entre les accroissements de la teneur en eau et de la densité des populations d'acariens dans des paires d'échantillons prélevées dans 12 silos de colza à deux niveaux distincts à une profondeur de 1 à 2 m* (P) *et en surface de 0 à 20 cm* (S)

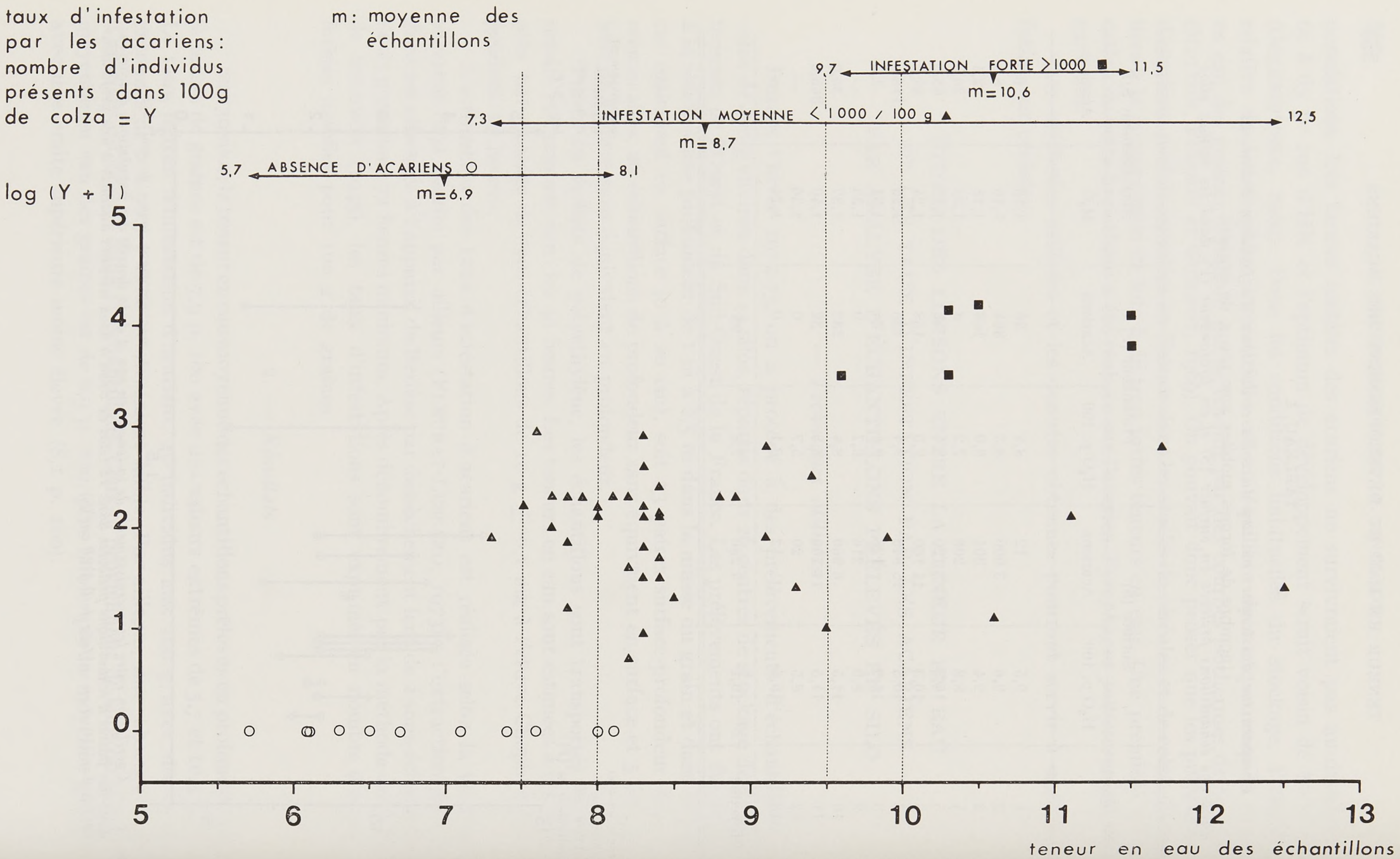


FIG. 2. — *Influence de la teneur en eau sur le degré d'infestation par les acariens dans 58 échantillons prélevés dans 45 silos*

Dans les 13 silos pour lesquels on dispose de paires d'échantillons en surface et en profondeur, les teneurs en eau des graines sont dans tous les cas plus élevées en surface qu'en profondeur (avec des valeurs moyennes de 10,1 contre 7,8 p. 100). Les taux moyens d'infestation d'acariens varient dans le même sens : 100 individus en moyenne pour 100 g (de 0 à 360) en profondeur et 4 300 (de 12 à 16 000 individus) en surface, aucun prélèvement de surface n'étant indemne d'acariens (tabl. 1).

Si on considère l'accroissement des populations d'acariens, dans un même silo, entre l'échantillon de profondeur et celui de surface, on observe une corrélation hautement significative $r_{(11)} = 0{,}77$ entre cet accroissement et celui de la teneur en eau des graines des échantillons correspondants (fig. 1).

En considérant l'ensemble des 57 échantillons, on note l'existence d'une régression très hautement significative entre la teneur en eau des lots (x) et le log ($y + 1$) de la population d'acariens, selon la droite : $y = 0{,}5164\ x - 2{,}64$, ce qui signifie que pour toute augmentation d'un point de la teneur en eau les populations d'acariens sont multipliées par 3. Les populations élevées atteignant un niveau critique pour la qualité des graines stockées (supérieur à 1 000 formes mobiles pour 100 g) ne se rencontrent que dans 6 échantillons, tous de surface, dont la teneur en eau moyenne est de 10,6 p. 100 (intervalle entre 9,6 et 11,5 p. 100).

D'après les données recueillies, on peut donc penser que les acariens ne seraient capables de se maintenir qu'à des teneurs en eau du colza supérieures à 7,5-8 p. 100 et ne développer des populations économiquement dangereuses qu'au-dessus de 9,5-10 p. 100 (fig. 2).

RÉSUMÉ DES ÉTUDES DE LABORATOIRE SUR LES CONDITIONS DE DÉVELOPPEMENT DE L'ACARIEN *TYROPHAGUS PUTRESCENTIAE* SCHR.

Dans une précédente étude, l'un de nous a montré que l'acarien *Tyrophagus putrescentiae* SCHR. était l'espèce la plus largement répandue et la plus abondante dans les stocks de colza. C'est également une espèce très fréquemment rencontrée dans toutes les denrées à taux de matières azotées élevé (coprah, arachide, lin, tourteaux, maïs, fromage, jambon, etc.).

1. — *Influence des facteurs physiques et rôle de l'humidité* (fig. 3)

Cet acarien est capable d'accomplir son cycle vital entre 8,5 et 36°C (CUNNINGTON, 1969) avec un optimum de 27°C (GOLEBIOWSKA, 1963) et des durées de développement de 91 jours à 11°C, 23,5 jours à 18°C et 11 jours à 25°C (FLEURAT-LESSARD, 1973). L'humidité relative de l'air est un facteur primordial pour la survie, la vitesse de développement (75 jours à 67 p. 100 HR, 32 jours à 85 p. 100 HR, 26 jours à 94 p. 100 HR) à la même température de 20°C (GOLEBIOWSKA, 1963), la longévité et la fécondité des individus et pour le développement des populations. L'optimum serait voisin de 85 p. 100, la limite inférieure proche de 65 p. 100, les fortes humidités 98-100 p. 100 étant bien supportées (BARKER, 1966 ; CUNNINGTON, 1969). Contrairement à d'autres *Acaridiae*, cette espèce ne possèderait pas d'hypope, forme de résistance notamment à la dessiccation.

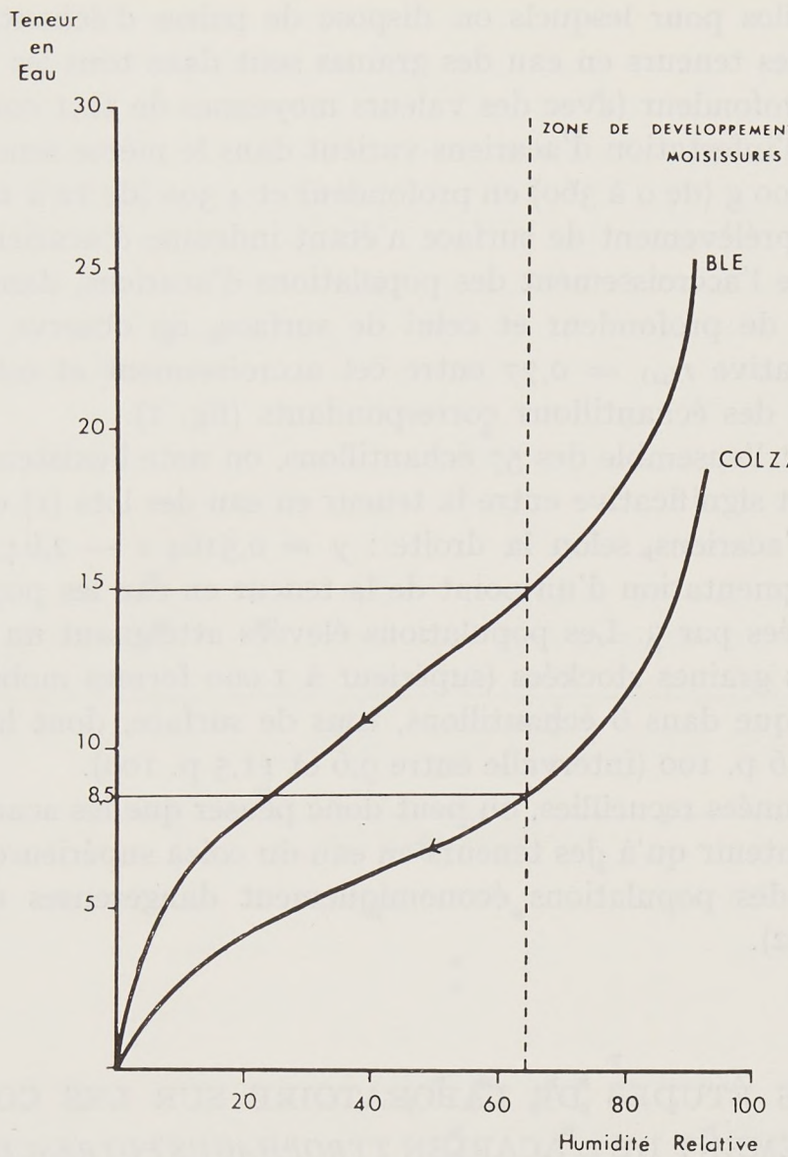


FIG. 3. — *Courbes de désorption du blé et du colza à une température voisine de 20°C*

2. — *Influence de l'alimentation sur moisissures* (fig. 4)

On sait que la plupart des *Acaridiae* sont mycophages à divers degrés. Nous avons démontré par ailleurs (FLEURAT-LESSARD, 1973) que *Tyrophagus putrescentiae* n'attaquait que les graines infectées par des moisissures et qu'il était capable de s'alimenter uniquement sur des cultures pures des principales espèces de la mycoflore du stockage.

L'acarien exerce un choix actif entre différentes espèces de moisissures présentées simultanément (*Alternaria tenuis, Aspergillus glaucus, Penicillium cyclopium, P. rubrum* sont préférées à *Aspergillus candidus, A. versicolor* par ex.). Lorsque les espèces ci-dessus sont proposées comme unique source de nourriture, elles provoquent des effets différents sur la fécondité des femelles. Les pontes cumulées de 15 jours pour des groupes de 4 femelles sont en moyenne 240 œufs sur *Alternaria tenuis*, 166 œufs sur *Aspergillus glaucus* gp, 137 sur *A. candidus*, 119 sur *Penicillium cyclopium*, 53 sur *Aspergillus versicolor* (fig. 5).

Le développement de ces moisissures est lui-même lié à une hygrométrie élevée, seuil voisin de 65 p. 100 d'HR à 15°C (GUILBOT et POISSON, 1966), s'abaissant d'ailleurs avec l'élévation de température.

Le même facteur, déficit de saturation de l'air, agit donc sur le développement des populations d'acariens soit directement soit indirectement en jouant sur la croissance de son aliment.

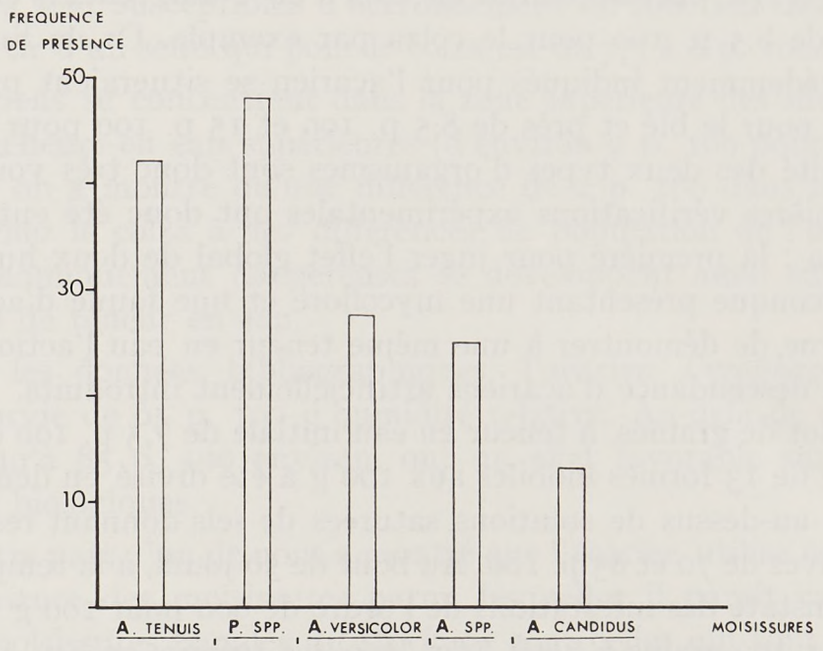


FIG. 4. — *Fréquence de présence des principales espèces de moisissures dans les stocks de blé* (d'après SINHA et WALLACE, 1964)

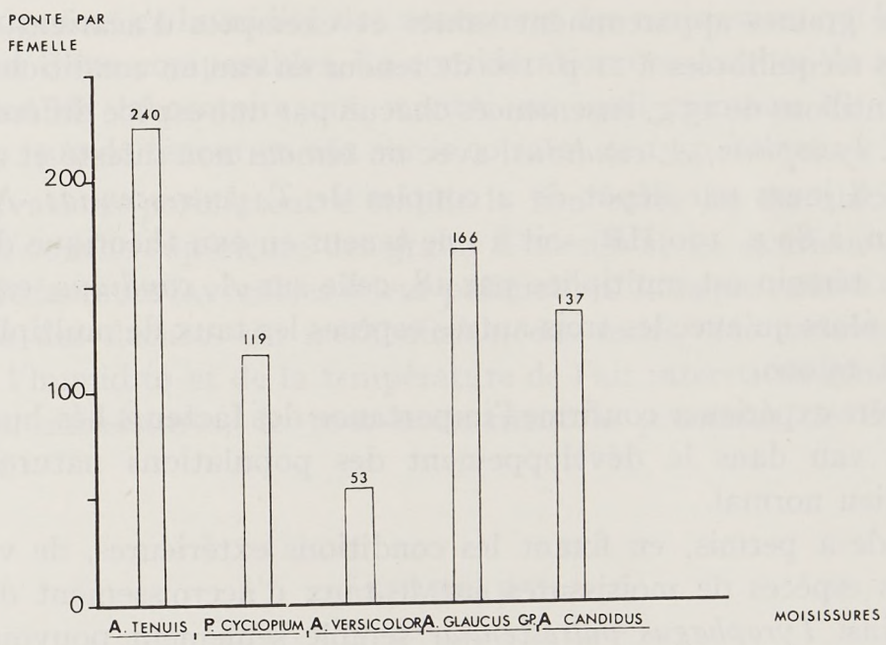


FIG. 5. — *Fécondité des femelles de* Tyrophagus putrescentiae SCHR. *alimentées avec diverses espèces de moisissures du stockage pendant 15 jours*

INTÉGRATION DES FACTEURS PHYSIQUES (HYGROMÉTRIE) ET ALIMENTAIRES (MYCOFLORE) POUR L'INTERPRÉTATION DU MÉCANISME DES PULLULATIONS D'ACARIENS

Ces mêmes moisissures sur lesquelles ont été faites les expériences d'élevage de *T. putrescentiae*, citées ci-dessus, se rencontrent fréquemment dans les stocks de céréales, principalement *Penicillium*, *Alternaria*, *Aspergillus* (SINHA, 1966 ;

Multon, Poisson et Guilbot, 1969) et de graines oléagineuses, tournesol (Guilbot, et Poisson, 1966), colza (Champion et Poisson, communication personnelle).

Selon les courbes de sorption de l'eau, le seuil de développement de ces moisissures, 65 p. 100 d'HR, correspondrait environ à 20°C aux teneurs en eau de 15 p. 100 pour le blé et de 8,5 p. 100 pour le colza par exemple. Or, la limite inférieure et l'optimum précédemment indiqués pour l'acarien se situeraient près de 15 p. 100 et de 19 p. 100 pour le blé et près de 8,5 p. 100 et 15 p. 100 pour le colza. Les exigences d'humidité des deux types d'organismes sont donc très voisines.

Deux premières vérifications expérimentales ont donc été entreprises en laboratoire sur colza : la première pour juger l'effet global de deux humidités relatives sur un lot quelconque présentant une mycoflore et une faune d'acariens naturelle, la seconde en vue de démontrer à une même teneur en eau l'action du facteur alimentaire sur la descendance d'acariens artificiellement introduits.

Un même lot de graines, à teneur en eau initiale de 7,5 p. 100 et à taux d'infestation naturelle de 13 formes mobiles aux 100 g a été divisé en deux parties placées en dessiccateur au-dessus de solutions saturées de sels donnant respectivement des humidités relatives de 70 et 85 p. 100. Au bout de 50 jours, à la température du laboratoire, on a constaté des infestations de l'ordre de 900 pour 100 g à l'HR 70 p. 100 et de 11 600 aux 100 grains à l'HR 85 p. 100, les teneurs en eau à la fin de l'expérience étant voisine de 8,5 et 15 p. 100, ce dernier échantillon manifestant un développement abondant de moisissures.

Un lot de graines apparemment saines et exemptes d'acariens, préalablement stérilisées puis rééquilibrées à 11 p. 100 de teneur en eau en conditions stériles, a été divisé en échantillons de 15 g, ensemencés chacun par une espèce différente : *A. tenuis*, *A. glaucus*, *P. cyclopium*, *A. candidus*, avec un témoin non infesté et artificiellement infestés après 8 jours par dépôt de 2 couples de *T. putrescentiae*. Après 25 jours, à 20°C environ, à 80 p. 100 HR, soit à une teneur en eau théorique de 11 p. 100, la population du témoin est multipliée par 18, celle sur *A. candidus*, espèce peu favorable, par 25, alors qu'avec les trois autres espèces les taux de multiplication varient entre 5 000 et 15 000.

La première expérience confirme l'importance des facteurs liés humidité relative — teneur en eau dans le développement des populations naturelles d'acariens dans leur milieu normal.

La seconde a permis, en fixant les conditions extérieures, de vérifier l'action spécifique des espèces de moisissures sur le taux d'accroissement des populations d'acariens. Ainsi *Tyrophagus putrescentiae* semble seulement pouvoir se maintenir sur des grains stérilisés. Selon l'espèce de moisissure présente, la population peut demeurer relativement stable avec une valeur proche du témoin (*Aspergillus candidus* = témoin × 1,4) ou être en croissance accélérée (*A. tenuis* = témoin × 800).

CONCLUSIONS

L'étude préliminaire de la répartition des populations d'acariens dans les silos et la recherche complémentaire, par des expériences de laboratoire, de l'explication

des phénomènes en jeu dans l'accroissement des populations permettent de formuler les observations suivantes.

1° Des populations d'acariens paraissent exister à l'état latent dans de nombreux silos. Elles sont susceptibles d'accroissement en fonction des teneurs en eau des grains, à partir d'un seuil qui pour le colza est de 7,5 à 8 p. 100.

2° Les acariens se concentrent dans la zone supérieure des silos où les graines présentent des teneurs en eau supérieures (d'environ 2 p. 100 pour le colza) à celle de la masse. Or on a montré qu'une différence de 2 p. 100 dans la teneur en eau correspondrait chez le colza à des différences de population de l'ordre de 10. Des populations économiquement dangereuses se développent aussi sur colza à partir de 9,5-10 p. 100 de teneur en eau.

3° D'après les données bibliographiques, l'acarien *Tyrophagus putrescentiae* a un seuil de survie de 65 p. 100 d'humidité relative. Au-delà de ce seuil, les HR croissantes, jusqu'à 85 p. 100 environ, ont un effet favorable sur l'ensemble des caractéristiques biologiques.

4° Pour notre part, l'un de nous a montré que l'acarien utilise comme principale source de nourriture des moisissures parmi lesquelles il paraît capable d'exercer un choix. Les moisissures banales du stockage sont celles qui sont préférées et qui assurent les fécondités les plus élevées. Le seuil de prolifération de ces micro-organismes est également de l'ordre de 65 p. 100 d'HR.

5° Les exigences en humidité des acariens et des moisissures qui leur servent de nourriture sont donc comparables. La considération des courbes de sorption et une expérimentation de laboratoire ont montré un seuil commun de développement voisin de 8,5 p. 100 de teneur en eau sur le colza et de 15 p. 100 sur le blé.

Ces observations permettent d'établir le lien entre les fluctuations de teneur en eau dans la couche supérieure des grains d'un silo et les acariens qui y trouvent un ensemble de facteurs favorables à leur pullulation. Lorsque celle-ci est déclenchée, l'accumulation des déchets du métabolisme, des mues, des cadavres contribue à l'élévation de l'humidité et de la température de l'air interstitiel bénéfique au développement des moisissures, le tout accentuant le processus de dégradation des grains stockés.

SUMMARY

INFLUENCE OF THE MOISTURE CONTENT OF STORED RAPE-SEEDS ON THE DEVELOPMENT OF POPULATIONS OF MITES

From simultaneous observations of the mite fauna and the moisture content of rape-seeds samples collected in 45 silos in south-western France, we obtained a good correlation between the level of infestation by mites and the moisture content of the seeds. Mites are able to maintain above 8 p. 100 and to develop to a dangerous level above 10 p. 100 of moisture content.

By another way, it has been shown that the most frequently found species, *Tyrophagus putrescentiae* SCHR., feeds upon the mycoflora and exhibits a particular affinity for only some species, probably attractive and which induce a high level of fecundity of the mite. Now, these species are precisely the most widely spread in stored rape-seeds bulks and they begin to develop in abundance above a moisture content next to 10 p. 100.

The level of relative humidity has a direct favourable effect on the development and the

fecundity of mites, but it also induces a best growth of micro-organisms. These moulds are the main food of mites, which at a high level of humidity of the seeds found all the conditions for a rapid increase of their populations.

ZUSAMMENFASSUNG

EINFLUSS DES WASSERGEHALTES VON GELAGERTEN RAPSSAMEN AUF DIE MILBENENTWICKLUNG

Gleichzeitige Untersuchungen über die Anwesenheit von Milben und den Wassergehalt von Rapssamenproben aus 45 silos aus dem Sud-Westen Frankreichs zeigten eine enge Beziehung zwischen dem Feuchtigkeitsgehalt der Samen und dem Ausmass an Milbeninfizierung. Milben scheinen nur bei einem Wassergehalt von über 8 p. 100 existieren zu können und erreichen bei über 10 p. 100 Wasser ein beträchtliches Ausmass.

Darüberhinaus wird gezeigt, dass sich dominierende Milbenart, *Tyrophagus putrescentiae* SCHR., durch die Mikroflora der Lagerung ernährt und eine besondere Affinität für gewisse Mikroorganismen hat, die den Milben eine bessere Fruchtbarkeit zusichert. Gerade diese Mikro-organismen sind in Rapssamenvoräten weit verbreitet und entwickeln sich in ganz besonders grossem Umfang bei einem Wassergehalt von ungefähr 10 p. 100.

Hohe relative Luftfeuchtigkeiten (zwischen 75 und 95 p. 100) haben nicht nur einen direkten Einfluss auf die Milbenentwicklung sondern begünstigen darüberhinaus das Wachstum der Mikro-organismen, die wiederum die Grundnahrung für die Milben sind. Auf diese Weise liegen die günstigsten Verhältnisse für eine rasche Entwicklung dieser Schädlinge, die sich dann in den Silos aufhalten können, vor.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

BARKER P. S., 1966. The effects of high humidity and different temperatures on the biology of *Tyrophagus putrescentiae* (SCHRANK) (*Acarina : Tyrogliphidae*). *Canad. J. Zool.*, **45**, 91-96.

CHAMPION R., POISSON J., 1967. La microflore des graines oléagineuses métropolitaines. (Communication personnelle).

CUNNINGTON A. M., 1969. *Physical limits for complete development of the coprah mite,* Tyrophagus putrescentiae (SCHRANK) (*Acarina, Acaridae*). *2nd Inter. Cong. Acarology.*, 1967.

FLEURAT-LESSARD F., 1973. Contribution à l'étude des relations entre *Tyrophagus putrescentiae* SCHRANK (*Acarina, Acaridae*) et la mycoflore des graines de colza stocké. Mise au point d'une technique d'élevage de l'acarien sur moisissures. *Ann. Zool. Écol. anim.* (sous presse).

GOLEBIOWSKA Z., 1963. *Tyrophagus putrescentiae* (SCHRANK, 1781) = *Tyrophagus noxius* (ZACHWATKIN, 1935) morfologia, biologia i ekologia. *Prace Nauk. Inst. Ochr. Rosl.*, **5**, (2), 29-88.

GOLEBIOWSKA Z., 1969. Le problème des acariens dans les produits entreposés en magasin. *Publ. O. E. P. P.*, série D, **14**, 6-22.

GUILBOT A., POISSON J., 1966. Évolution de la microflore des graines oléagineuses métropolitaines. Influence sur l'acidité de l'huile. Journée d'étude sur l'altération des graines oléagineuses. *I. T. E. R. G.-C. E. T. I. O. M.*, 11-21.

MULTON J.-L., POISSON J., GUILBOT A., 1969. Les altérations du grain de blé après la récolte. *Bull. tech. Inform.*, (244), 1-18.

SINHA R. N., 1966. Feeding and reproduction of some stored product mites on seed borne fungi. *J. Econ. Ent.*, **59** (5), 1227-1232.

SINHA R. N., WALLACE H. A. H., 1966. Association of granary mites and seed-borne fungi in stored grain in outdoors and indoors habitats. *Ann. Ent. Soc. Amer.*, **59**, 1170-1181.

SOLOMON M. E., 1945. Tyroglyphid mites in stored products methods for the study of population density. *Ann. appl. Biol.*, **32**, 71-75.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (3), 541-549.

THE EFFECTS OF GASEOUS NITROGEN ON EMERGENCE OF IMMATURE STAGES OF RICE WEEVILS (*SITOPHILUS ORYZAE* L.) IN CEREAL GRAINS

N. K. PERSON Jr and J. W. SORENSON Jr

Texas agricultural experiment Station,
Texas A and M University, College Station, Texas (U. S. A.)

SUMMARY

Tests were conducted to determine the effect of several factors on the emergence of rice weevils from the egg, larval and pupal stages in stored grain. These tests consisted of exposing infested grain samples for 2 time periods and 3 temperature levels under different concentrations of O_2 and N_2. The effects of the following concentrations on insect emergence were compared to 21 p. 100 O_2 (check) and malathion insecticide : (1) 0.5 p. 100 O_2, 99.5 p. 100 N_2 and (2) 1 p. 100 O_2, 99 p. 100 N_2.

Statistical analysis of results showed a significant difference in the number of insects emerged from immature stages due to gas concentration, exposure time, temperature and storage period. It was found that insect emergence decreased with an increase in N_2 concentration, exposure time and storage temperature.

The influence of storage temperature on insect emergence appears to be of immediate significance to the grain storage industry. A comparison of the test results over all the treatments exposed for 48 hours and then stored for 68 days showed that 1 169, 3 259, and 2 rice weevils per 100 g of grain emerged from 70, 80 and 90°F grain, respectively. The results of tests conducted at 90°F may have a significant influence on the future use of gaseous atmospheres as an insect control measure. Data are presented to show that the quality of stored grain, with reference to germination, can be maintained at 90°F in a low O_2 atmosphere. Considerable monetary savings could be realized with this storage method in tropical and semi-tropical climates due to the elimination of costly aeration and grain turning procedures.

INTRODUCTION

At some time within the normal marketing channel, cereal grains are placed in storage facilities. Even though the length of storage will depend on ultimate utilization, most of the grain produced each year must be held in storage for periods

of time which can influence quality. Since storage periods normally exceed 30 days, the major hazard in storing low-moisture grain is damage by insects.

It is possible to control insects in stored grain by frequent inspections and fumigations. However, since insect infestation is a cycling problem, repeated use of most fumigants has caused additional problems which in some cases are more dangerous than contaminated grain. Fumigants are dangerous, and personnel handling them may be subjected to undue health hazards. Moreover, repeated use of some fumigants produces a residue to such an extent that the grain could be condemned for food or feed. Therefore, any method of storing grain to eliminate these problems would be advantageous.

It has been known for many years that low O_2 atmospheres, resulting from grain and insect respiration, in airtight storages cannot support insect life (Vayssière, 1948). In fact, insects can be killed by exhaustion of O_2 in strictly airtight

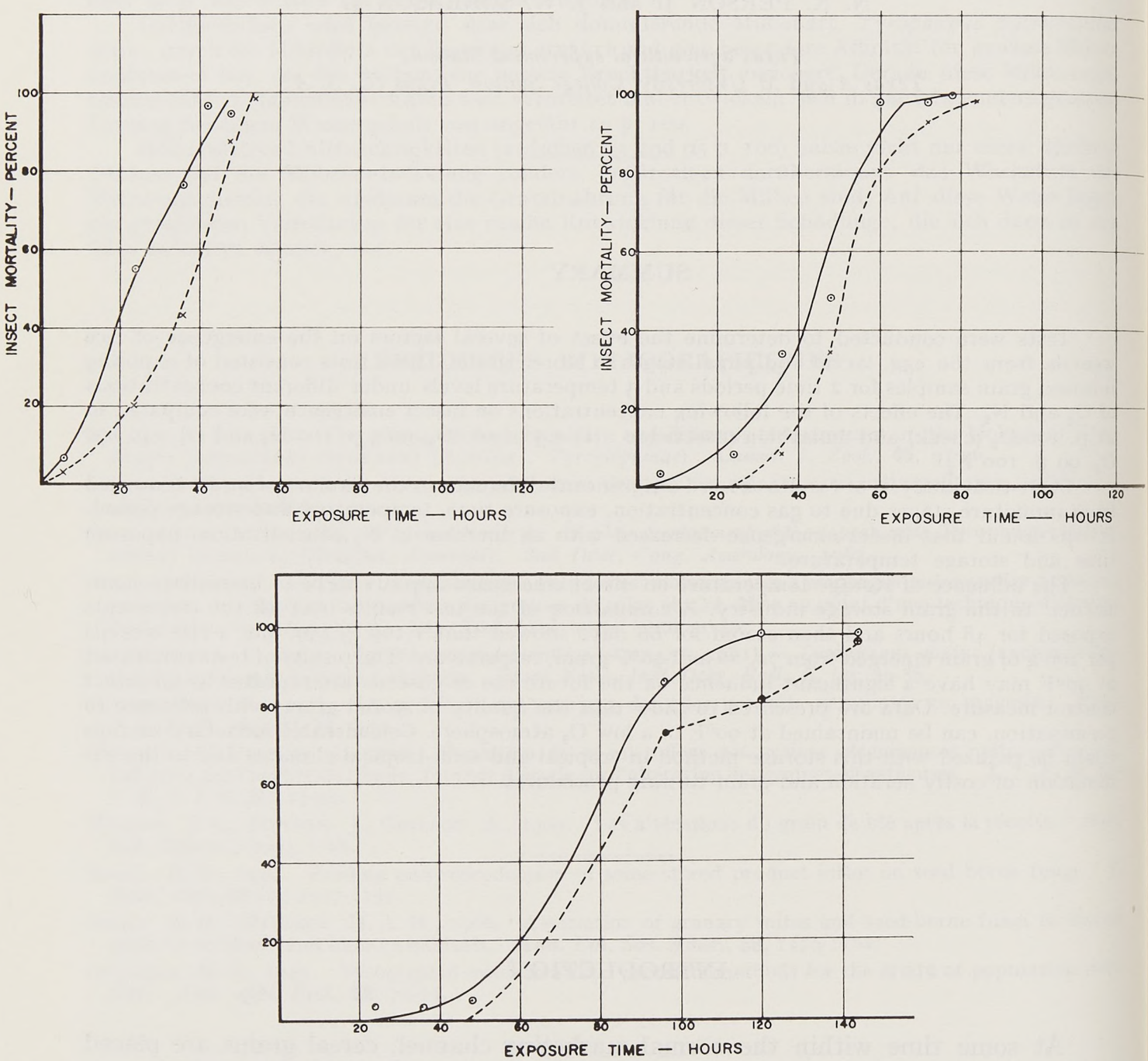


Fig. 1. — *Effect of exposure time on mortality of rice weevils exposed to : upper left and upper right, 32°2C and 26°7C, respectively, and lower, 21°1C, and oxygen concentrations of : continuous line, 0.5 p. 100 ; dashed line, 1.0 p. 100*

containers when the concentration of this gas falls to approximately 2 p. 100 (Oxley and Wickerden, 1963). This principle of insect control has been utilized in Africa, Argentina and Australia (Bailey, 1955). However, commercial operations involving grain handling and storage normally will not permit the airtight container method to be used for insect control. Not only would it be difficult to obtain a completely airtight grain storage structure, but this method has a disadvantage in that insect populations must be allowed to build up before the O_2 supply is depleted in the grain interstice.

Many researchers have shown that the use of gaseous atmospheres such as N_2 can be used to rapidly remove the O_2 supply from the grain interstice and thereby obtain insect mortality (Press and Harein, 1967 ; Marzke *et al.*, 1970 ; Person and Sorenson, 1970). One hundred percent mortality of the adult insects can be obtained if the O_2 concentrations is low enough and maintained at that level for sufficient time. If the grain storage structure is relatively airtight, then this method of insect control appears to be an economical means of controlling adult insects.

On the other hand, since most of the grain storage facilities are not sufficiently airtight to maintain low O_2 concentrations without a continuous purge of the interstice with N_2, the ability of the immature stages of insects to withstand low concentrations of O_2 has become an important factor in the economics of this control method.

To further study the problems encountered in the control of immature insects, tests were conducted to determine the effect of several factors on the emergence of rice weevils from the egg, larval and pupal stages. Factors such as temperature, O_2 concentration and exposure period were studied. The range of each factor was selected so that a direct comparison could be made with results obtained from previously reported tests with adult insects (Person and Sorenson, 1970) (fig. 1).

MATERIALS AND METHODS

Twelve 453 gram samples of 14 p. 100 (wet basis) sorghum grain were each infested with 100 adult rice weevils (*Sitophilus oryzae* L.). A set of 4 samples was stored in controlled environment chambers at 21°1, 26°7 and 32°2C for a period of 24 days in order to obtain grain infested with the egg, larval and pupal stages. After the initial infestation period, insects were removed and the 4 samples representing each test temperature were thoroughly mixed. The grain mixtures were then divided into 16 samples with a precision divider.

Eight replicated tests were conducted at each of the 3 temperature levels. These tests consisted of exposing the infested grain samples for 2 time periods, 48 and 96 hours, to the following treatments : (1) 0.5 p. 100 O_2-99.5 p. 100 N_2, (2) 1.0 p. 100 O_2-99.0 p. 100 N_2, (3) 21 p. 100 O_2 (air check) and (4) malathion insecticide. After the exposure periods were completed, samples were placed in jars having wire mesh tops and stored at the test temperature. The samples were removed from storage after 11, 22, 32, 46 and 68 days for insect emergence counts. The insects which had emerged between each storage period were removed and the grain samples were returned to storage.

Grain samples which were treated with malathion had an application rate of 1 pint of 57 p. 100 premium-grade malathion per 1000 bushels. A 43.4 p. 100 malathion solution was mixed with 249 parts of water and applied at a rate to give the same amount of active material as 57 p. 100 malathion. The mixture was applied to the grain samples with a 10 microliter syringe.

RESULTS

Results of tests conducted to determine the effect of several factors on the emergence of rice weevils from the egg, larval and pupal stages are tabulated in tables 1 and 2. These data are based upon the accumulated number of insects emerged p. 100 grams of grain and are based on the average of 2 replications. All results are referred to in terms of concentrations of O_2, since the primary purpose of N_2 was to purge the O_2 to low lovels.

Insect control treatment

Results indicate that malathion applied at a rate of one pint p. 1 000 bushels was much more effective in preventing the maturity of rice weevil eggs, larval and pupal stages than were the 0.5 and 1 p. 100 O_2 concentrations. An average decrease in adult insects emerging from the immature stages was 65.2 p. 100 when compared to the 21 p. 100 O_2 treatment. This comparison was made accross all temperature levels and exposure periods after 68 days of storage. Based on the same comparison, reductions of 27.7 and 12.2 p. 100 in emerging insects resulted from the 0.5 and 1 p. 100 O_2 treatments, respectively.

Not only was malathion more effective in preventing the emergence of immature insects, it was also found to be superior with respect to mortality of insects that did emerge. For instance, due to the residues remaining on the grain after 68 days of storage in 26°7C air, 89 p. 100 of the adult weevils were dead. This compared to only 0.5 and 0.7 p. 100 mortality for samples exposed to 0.5 and 21 p. 100 O_2 concentrations for 48 hours.

Treatment exposure period

The two exposure periods used in these tests, 48 and 96 hours, were selected at levels which were sufficient to obtain 100 p. 100 mortality of adult rice weevils, with minimum purging times (fig. 1). Neither exposure period resulted in complete control of the immature stages. Immature stages of insects exposed for 48 hours at 0.5 and 1 p. 100 O_2 levels resulted in decreased emergence of only 26.2 and 17.1 p. 100, respectively, when compared to the 21 p. 100 O_2 treatment. Increasing the exposure period to 96 hours resulted in 18.3 p. 100 less emergence than the 48-hour period.

The decrease in insect emergence due to increasing the exposure period was statistically significant ; however, the reduction was of little practical value. These results indicate that the immature stages of rice weevils are more resistant to O_2

TABLE 1

Accumulated total of rice weevils emerged per 100 grams of grain exposed to different control treatments, exposure times and storage periods

Exposure period : 48 hours

Storage period after exposure days	0.5 p. 100 O_2			1.0 p. 100 O_2			21 p. 100 O_2			Malathion		
	21°1C	26°7C	32°2C	21°1C	26°7C	32°2C	21°1C	26°7C	32°2C	21°1C	26°7C	32°2C
11	0	20	0	0	25	0	0	68	0	0	32	0
22	0	153	0	0	206	0	1	291	0	1	181	0
32	15	221	0	15	337	1	78	419	0	71	238	0
46	224	301	0	227	398	1	284	500	0	251	241	0
68	287	837	1	291	971	1	315	1 209	0	276	242	0

TABLE 2

Accumulated total of rice weevils emerged per 100 grams of grain exposed to different control treatments, exposure times and storage periods

Exposure period : 96 hours

Storage period after exposure days	0.5 p. 100 O_2			1.0 p. 100 O_2			21 p. 100 O_2			Malathion		
	21°1C	26°7C	32°2C	21°1C	26°7C	32°2C	21°1C	26°7C	32°2C	21°1C	26°7C	32°2C
11	0	20	0	0	28	0	0	29	0	0	26	0
22	0	130	0	0	165	0	0	217	0	2	133	0
32	14	150	0	10	260	0	95	343	0	105	189	0
46	110	179	1	199	294	0	287	394	0	257	192	0
68	191	739	1	265	968	0	313	1 005	0	278	192	0

exhaustion with N_2 than the adult insect. Additional increases in the exposure time would probably show further reductions in insect emergence, but would also require excess quantities of N_2 in order to maintain low O_2 concentrations.

Temperature

Results presented in tables 1 and 2 show that grain temperatures have an important influence on insect infestation. In this research, optimum temperature for insect infestation and reproduction was about 26°7C. Above and below this level, insect reproduction is impaired. If temperatures are extreme, insect mortality will occur. This is shown by the fact that 37 p. 100 of the rice weevils used to inoculate the grain at 32°2C were dead after 24 days. Only 9 and 4 p. 100 dead insects were found in the 26°7 and 21°1C tests, respectively.

Some difficulty in controlling the temperature at the specified level was encountered during these tests. The 21°1C test was conducted in an average temperature of 20°3C. The actual range was 18°9-21°7C. Also, no refrigeration equipment was installed in the 32°2C chamber. This allowed temperatures to peak above 32°2C for short periods in the afternoon. This peak was approximately 35°C, therefore, the average temperature was in the 32°2-35°C range.

Test results indicate that maximum insect activity occurred in the 26°7C samples. Activity of insects stored in 21°1C atmospheres was decreased while practically all activity ceased at 32°2C. Activity of insects stored at 21°1C was sufficiently reduced to cause a delay of about 32 days in the appearance of the progeny after the exposure period. This would be a total of 56 days from the time the grain was first inoculated. It is not known if this delay had an influence on the 68-days results. It was not possible to determine if insects were less prolific at this temperature or if there was only a delay.

A comparison of the test results over all the treatments exposed for 48 hours and then stored for 68 days, showed that 1 169, 3 259 and 2 rice weevils per 100 grams of grain emerged from 21°1, 26°7 and 32°2C grain, respectively. The results of tests conducted at 32°2C may have a significant influence on the future use of inert gases as an insect control measure. It appears that the range of oxygen concentrations and exposure periods used in these tests will not give insect control over extended periods of time due to the inability of this method to completely control the immature stages. However, if it can be shown that the quality of stored grain can be maintained at high temperatures in a low O_2 atmosphere, then insect control would result due to temperatures as well as O_2 concentrations. Insect control in this case would probably be a secondary benefit since substantial savings would be derived by not having to aerate or turn grain.

Storage period

The influence of storage period on the development of immature stages of rice weevils which were exposed to low concentrations of oxygen is shown in tables 1 and 2. It should be pointed out that the results may reflect to some extent the reproduction ability of exposed insects. It appears logical that some insects which emerged could also have laid eggs within the test sample. In these tests, it was more important to maintain undisturbed samples for extended periods of time than to

remove emerging insects before any eggs could be laid. Insects which developed between count periods may have inoculated the grain with additional eggs which were not exposed to the treatments. Even though these insects were removed from the grain at the next counting period, the overall length of the test may have been sufficient for these eggs to develop into mature insects.

Results show that the insects started emerging before 35 days in 26°7C temperatures. This includes the 24-days period before treatment exposure. Emergence was somewhat uniform and approached a maximum after about 46 days. After 46 days of storage, however, a rapid increase in the emerged insects occurred. This increase could have been the result of reproduction of the insects which emerged during the test.

Even though there was a significant difference in the number of insects emerged between temperatures at any given storage period, progeny of the emerged insects may have caused the major portion of the differences observed after 68 days. It is, therefore, possible that 21°1C storage temperatures only caused a delay in emergence rather than limiting it.

CONCLUSION

The results of this research indicate that the immature stages of rice weevils are more resistant to low O_2-high N_2 atmospheric concentrations than the adults. Therefore, complete insect control using this method should be based on the exposure time required for mortality of the immature stages rather than the adult stage.

In grain storage facilities which are not absolutely airtight, a N_2 purge rate would be necessary to lower and maintain the required O_2 concentrations for periods necessary for control of the egg, larval and pupal stages. This would insure 100 p. 100 mortality of adult weevils with no significant emergence of the immature stages.

The economics of this insect control method should be based upon the minimum time required to control all stages of the insect. This exposure period, together with an analysis of the quantity of N_2 required to maintain the desired O_2 concentration during this period, would determine the overall economics of this method.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors wish to express appreciation to R. L. Hanna, Department of Entomology, Texas A & M University, for this assistance in conducting this research.

Appreciation is also expressed to Big Three Industrial Gas Equipment Company of Houston, Texas, U. S. A., for their support of this research.

RÉSUMÉ

EFFET DE L'AZOTE GAZEUX SUR LA NAISSANCE DES CHARANÇONS A PARTIR DE LEURS STADES IMMATURES DANS LES GRAINS DE CÉRÉALES

Des essais ont été réalisés afin de déterminer l'influence de plusieurs facteurs sur le développement des charançons du riz à partir des œufs, des larves et des pupes présents dans les grains stockés. Ces essais ont consisté à soumettre les grains infestés à différentes concentrations d'O_2 et de N_2, en utilisant deux temps d'exposition et trois températures différentes.

Les effets des mélanges gazeux suivants (1) 0,5 p. 100 de O_2 et 99,5 p. 100 de N_2 et (2) 1 p. 100 de O_2 et 99 p. 100 de N_2, ont été comparés à ceux d'une concentration de 21 p. 100 de O_2 (concentration témoin) et à ceux du malathion.

L'analyse statistique des résultats montre une différence significative en ce qui concerne le nombre d'insectes apparus à partir des stades immatures, du fait des concentrations gazeuses, de la durée d'exposition, de la température et de la durée de stockage. L'apparition d'insectes diminue avec l'augmentation de la concentration d'azote, du temps d'exposition et de la température de stockage.

L'influence de la température de stockage sur l'apparition des insectes paraît avoir un intérêt immédiat pour les industries de stockage des grains. En comparant les résultats obtenus à partir de tous les traitements avec une exposition de 48 heures suivie d'un stockage de 68 jours, on constate l'apparition de 1 169, 3 259 et 2 charançons dans les lots de 100 g de grains traités à 70, 80 et 90°F respectivement. Les résultats obtenus pour une température de 90°F pourraient bien avoir une importance déterminante quant à l'utilisation future d'atmosphères gazeuses comme moyen de lutte contre les insectes. On donne des résultats qui montrent que la qualité des grains stockés (pouvoir germinatif) peut être maintenue malgré une température de 90°F et une atmosphère pauvre en oxygène.

D'importantes économies pourraient être réalisées avec cette méthode dans les régions tropicales et sub-tropicales, puisqu'elle ne nécessite ni aération coûteuse, ni opération de retournement du grain.

ZUSAMMENFASSUNG

WIRKUNG VON GASFÖRMIGEM STICKSTOFF AUF DAS AUFTRETEN DES REISKÄFERS IN SEINEN FRÜHEN ENTWICKLUNGSSTADIEN IN GETREIDEKÖRNER

Es wurden Untersuchungen über die Wirkung verschiedener Faktoren auf das Erscheinen des Reiskäfers im Ei-, Larven- und Puppenstadium in gelagertem Getreide gemacht. Die infizierten Körner wurden verschiedenen Wasserstoff- und Stickstoffkonzentrationen ausgesetzt; die Behandlung erfolgte bei 3 Temperaturen und über 2 Zeiträume. Die Auswirkungen, von folgenden Konzentrationen- (1) 0,5 p. 100 O_2, 99,5 p. 100 N_2 und (2) 1 p. 100 O_2, 99 p. 100 N_2- auf das Erscheinen von Insekten wurde mit 21 p. 100 O_2 (Vergleich) und dem Insektizid Malathion verglichen.

Die statistische Analyse der Ergebnisse zeigt auf Grund der Gaskonzentration, Behandlungszeit, Temperatur und Lagerungsdauer, einen signifikanten Unterschied in der Insektenzahl, die sich aus den unreifen Stadien entwickelten. Das Auftreten von Insekten nahm mit ansteigender N_2 Konzentration, Behandlungszeit und Lagerunsdauer ab.

Der Einfluss der Lagerungstemperatur auf das Insekten auftreten scheint von unmittelbarer Bedeutung für die Kornlagerungsindustrie zu sein. Ein Vergleich der Untersuchungsergebnisse nach einer Behandlungszeit von 48 Std. und Lagerung von 68 Tagen zeigte pro 100 g Korn und bei Behandlungstemperaturen von 70, 80 und 90°F das Erscheinen von jeweils 1 169, 3 259 und 2 Reiskäfern. Die Resultate der bei 90°F durchgefürhten Versuche werden möglicherweise einen bedeutenden Einfluss auf den Gebrauch von Gasatmosphären zur Insektenkontrolle haben. Es werden Resultate vorgetragen, die zigen, dass die Qualität von gelagertem Korn in bezug auf die Keimfähigkeit bei 90°F unter niedrieger O_2-Atmosphäre erhalten bleihen kann. In tropischen und subtropischen Klimaverhältnissen können mit dieser Lagerungsmethode erhebliche finanzielle Ersparnisse erzielt werden, da teure Belüftungs- und Kornumwälzungs-Prozesse nicht nötig sind.

REFERENCES

Bailey S. W., 1955. Airtight storage of grain : its effect on insect pests. I. *Calandra Granaria* L. (Coleoptera curculionidae). *Austral. J. agr. Res.*, **6** (1), 33-51.

Marzke F. O. *et al.*, 1970. Mortality of the rice weevil, the Indian-meal moth, and *Trogoderma glabrum* exposed to mixtures of atmospheric gases at various temperatures. *J. Eco. Entomol.*, **63** (2), 570-574.

OXLEY T. A., WICKENDEN Gloria, 1963. The effect of restricted air supply on some insects which infect grain. *Ann. appl. Biol.*, **51**, 313.

PERSON N. K. jr, SORENSON J. W. jr, 1970. Use of gaseous nitrogen for controlling stored-product insects in cereal grains. *Cereal Chem.*, **47** (6), 679-686.

PRESS A. F., HAREIN P. K., 1967. Mortality of *Tribolium castaneum* (HERBST) (Coleoptera, Tenebrionidae) in simulated peanut storages purged with carbon dioxide and nitrogen. *J. stor. Prod. Res.*, **3** (2), 91-96.

VAYSSIERE P., 1948. Hermetic storage, the process of the future for the conservation of foodstuffs. *F. A. O. agr. Stud.*, **2**, 115-122.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (3), 551-555.

THE EFFECT OF *TRIBOLIUM* INFESTATIONS ON THE BAKING AND TASTE QUALITIES OF BREAD MADE FROM INFESTED HARDWHEAT FLOUR

L. W. SMITH Jr., Ph. D. PRATT and J. J. PRATT

Applied Entomology Group, Pioneering Research Laboratories,
U. S. Army Natick Laboratories,
Natick, Massachusetts (U. S. A.)

SUMMARY

Experiments were undertaken to determine the effects of insect infestations on the baking and taste qualities of bread prepared from insect-infested flour.

Bread prepared from flour previously infested with *Tribolium audax* (HALSTEAD), *T. brevicornis* (LECONTE), *T. castaneum* (HERBST), *T. confusum* (DUVAL), *T. destructor* (UYTTENBOOGAART), and *T. madens* (CHARPENTIER) discolsed a variety of baking and taste quality changes after 1, 2 and 3 month infestation periods. An undesirable « quinone » taste and odor was detected at the end of each infestation for all species of *Tribolium*. Bread prepared from flour infested with *T. castaneum* and *T. confusum* was considerably different than bread made from flour infested by the other four species of *Tribolium*. These differences included a progressive darkening of the crumb, reduction in volume and a distinct offensive taste and odor which was intensified after longer infestation periods.

The data support the hypothesis that quinone secretions adversely affect the taste qualities of bread made from *Tribolium* infested flour and this may be an important factor in lowering its baking qualities.

INTRODUCTION

The contamination of flour by *Tribolium* infestations may have four distinct components. First, the insects eat the flour and produce larval and adult fecal pellets. Secondly, as the various life stages die, the dried fragments of their exoskeletons are scattered throughout the flour. Thirdly, eggs hatch and immature stages moult,

leaving behind egg shells and exuviae that also become scattered throughout the flour. Fourthly, adult beetles, under conditions of chemical, thermal or physical stress, release parabenzoquinones into the flour from their abdominal and prothoracic glands.

SMITH *et al.* (1971), after reviewing the literature and conducting their experiments, confirmed the findings of previous investigators to the extent that *Tribolium* infestations conveyed a disagreeable and persistent aroma and flavor to bread made from infested flour.

IRWIN, SMITH and PRATT (1972) found that stress in the forme of CO_2 caused *Tribolium castaneum* to secrete *p*-benzoquinones, thus indicating a probable relationship between standard fumigations of grain and its products and an increased secretion of quinones by the infesting insects. I hypothesized, from this study, that standard fumigants may cause an existing population of *T. castaneum* to secrete more *p*-benzoquinones into the product being fumigated than would otherwise be secreted. I also stated that *p*-benzoquinones may exist free, in combination with the food product, or even by complexing with standard fumigants such as methyl bromide or phosphine although there are no data to substantiate this. Moreover, fumigation and subsequent screening of the infested product may remove the insect, but not the *p*-benzoquinones, which may be as important as the physical damage done to the product or the aesthetics of insect presence in a food.

This paper attempts to characterize the damage of six species of *Tribolium* to bread made from infested flour.

MATERIAL AND METHODS

The insects considered in this investigation were reared under standard conditions and included *Tribolium audax* (HALSTEAD), *T. brevicornis* (LECONTE), *T. castaneum* (HERBST), *T. confusum* (DUVAL), *T. destructor* (UYTTENBOOGAART) and *T. madens* (CHARPENTIER). Glass containers (3.78 l) were each filled with 1 814 g of hardwheat flour and fitted with metal covers having cloth-filter paper inserts. A single test unit consisted of three 3.78 l containers infested with 50 adult insects of a single species, and one uninfested container served as a control. All containers were kept in an environmental chamber at 82° F (29°C) and 57 p. 100 R. H. for periods of 1-2 and 3 months. Containers were removed from the chamber after each infestation period and eggs, cast skins, immature and adult stages were separated from the flour by screening. Disinfested flour was returned to the original containers and taken to the bakery for final preparation. Standard recipes were used to make bread and the technique used to evaluate the baking qualities of bread were the same as reported by SMITH *et al.* (1971).

RESULTS

Bread prepared from flour infested with *T. castaneum* and *T. confusum* showed many changes including a progressive darkening of the crumb, reduction in volume, textural changes and a distinct offensive aroma and flavor which intensified after

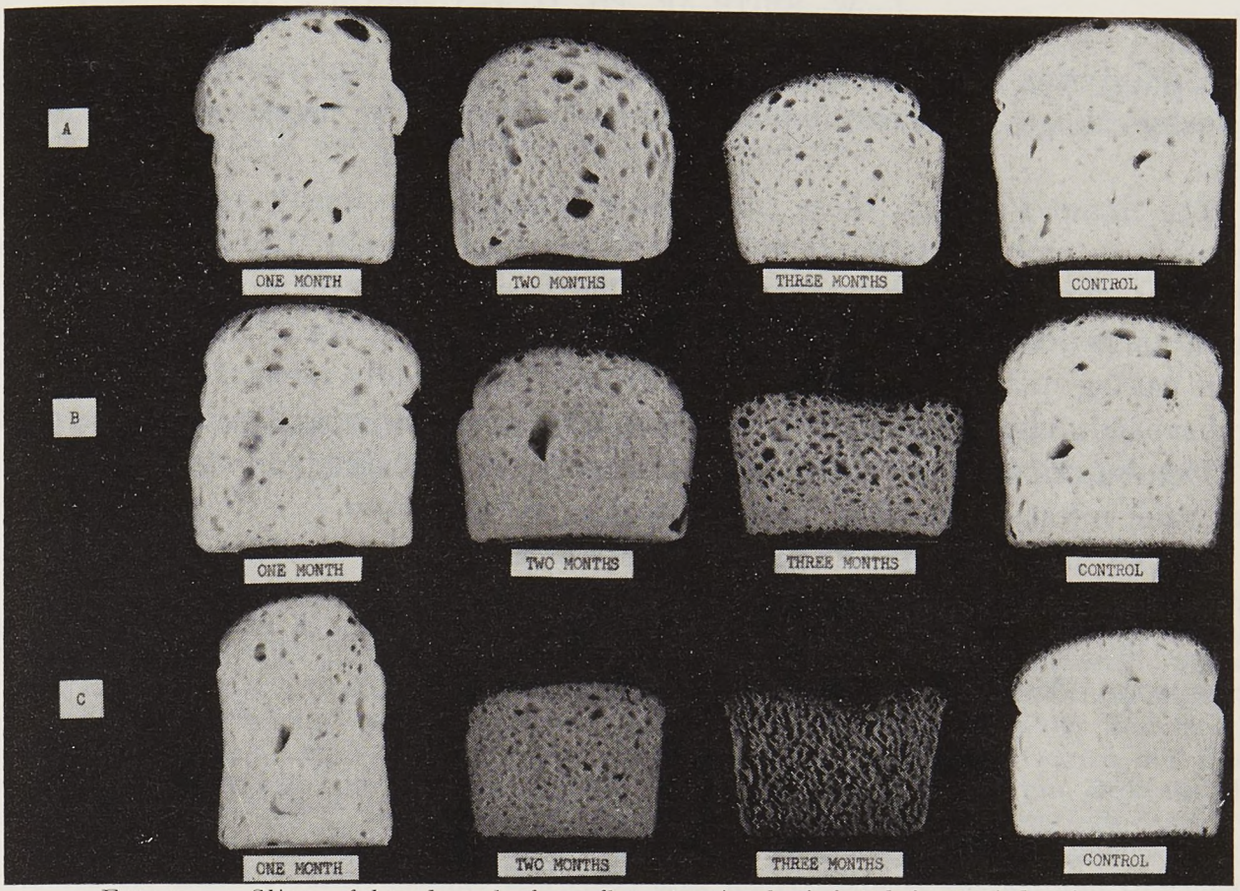


FIG. 1. — *Slices of bread made from flour previously infested for periods of one, two and three months with :*

A : *Tribolium confusum*, ebony strain 50 adults par replicate ;
B : *Tribolium castaneum*, 50 adults per replicate ;
C : *Tribolium castaneum*, 100 adults per replicate.

TABLE I

Flavor analysis of the crumb portion of bread made from flour infested with 6 species of Tribolium *to determine presence of quinone note*

Insect	Attributes	Infestation period (months)		
		1	2	3
T. audax	Aroma	0.5	1.0	1.0
	Flavor	0.5	1.0	1.0
T. brevicornis	Aroma	0.5	0.5	0.5
	Flavor	0.5	0.5	0.5
T. castaneum	Aroma	0.5	1.0	1.5
	Flavor	0.5	1.0	1.5
T. confusum	Aroma	0.5	1.0	1.5
	Flavor	0.5	1.0	1.5
T. destructor	Aroma	0.5	0.5	0.5
	Flavor	0.5	0.5	0.5
T. madens	Aroma	0.5	0.5	1.5
	Flavor	1.0	1.0	2.0

0.5 = Very Slight ; 1.00 = Slight ; 2.00 = Moderate ; 3.00 = Strong.

longer infestation periods. The other species of *Tribolium* had minimal effects including color changes in the crumb portion of the bread and the presence of an offensive aroma.

The figure 1 depicts those progressive changes, previously mentioned, in the color of the crumb, reduction in volume and textural changes. The first 3 colums are test bread, the fourth is the control bread. The first column also represents a 1-month infestation period, the second column, a 2-month period, etc. Note that the major changes in baking quality occur after the second and third month infestation periods. The number of adult insects present during these times are ca. 2 300 and 3 200, respectively.

The data of table 1 reflect those changes in aroma and flavor as they occurred after each infestation period for each species of *Tribolium*.

1. The distinctive *p*-benzoquinone aroma and flavor was detected after the first month infestation period, for all species.

2. The distinctive « quinone » note intensified after each infestation period, for each species, except *T. brevicornis* and *T. destructor*.

CONCLUSIONS

Although our studies indicate that insect secretions, particularly *p*-benzoquinones, play an important role in altering the baking and taste qualities of bread made from infested flour, the true relationship of *p*-benzoquinones, uric acid, larval and adult feeding are only partially understood. A possible effect of *Tribolium* infestations that has received little or no attention is the probability of adverse effects on the health of animals that have eaten high protein feeds which at some time had an infestation of *Tribolium*.

Our laboratories are presently investigating methods for extraction and quantitative and qualitative determinations of biochemicals secreted by several stored products insects.

RÉSUMÉ

EFFET D'INFESTATIONS DE *TRIBOLIUM* SUR LES QUALITÉS BOULANGÈRES ET LE GOÛT DU PAIN PROVENANT DE FARINES DE BLÉ DUR CONTAMINÉES

Des expériences ont été entreprises pour déterminer les effets d'infestations d'insectes sur les qualités boulangères et organoleptiques du pain préparé à partir de farines contaminées.

Le pain préparé avec de la farine infestée par *Tribolium audax* (HALSTEAD), *T. brevicornis* (LECONTE), *T. castaneum* (HERBST), *T. confusum* (DUVAL), *T. destructor* (UYTTENBOOGAART) et *T. madens* (CHARPENTIER) montre diverses modifications des qualités boulangères et organoleptiques, après 1, 2 et 3 mois d'infestation de la farine. Après chaque infestation, une odeur et un goût désagréables de quinone peuvent être détectés, et ce avec toutes les espèces de *Tribolium*. Le pain préparé avec la farine infestée par *T. castaneum* et *T. confusum* se révèle très différent de celui obtenu avec les farines infestées par les autres espèces de *Tribolium*. Ces différences tiennent à une couleur plus sombre de la mie, une diminution du volume et un goût et une odeur très désagréables, qui s'intensifient lorsque la période d'infestation de la farine est plus longue.

Les résultats confirment l'hypothèse de l'effet néfaste des sécrétions de quinone sur les qualités organoleptiques du pain fait avec de la farine infestée de *Tribolium* et qu'elles peuvent être un facteur important de diminution de ses qualités boulangères.

ZUSAMMENFASSUNG

WIRKUNG DER *TRIBOLIUM* INFIZIERUNG AUF DIE BACKFÄHIGKEIT UND DEN GESCHMACK DES AUS KONTAMINIERTEM HARTWEIZENMEHL GEBACKENEN BROTES

Es wurden Versuche zur Bestimmung der Auswirkungen von Insekten-Infizierung auf die Backfähigkeit und den Geschmak des aus kontaminiertem Mehl hergestellten Brotes gemacht.

Brot mit *Tribolium audax* (HALSTEAD), *T. brevicornis* (LECONTE), *T. castaneum* (HERBST), *T. confusum* (DUVAL), *T. destructor* (UYTTENBOOGAART) und *T. madens* (CHARPENTIER) infiziertem Mehl weist nach 1, 2 und 3 monatiger Infizierung des Mehls Veränderungen der Backfähigkeit und des Geschmackes auf. Nach jeder Infizierung kann ein unangenehmer Geruch und Geschmack nach « Quinon » festgestellt werden, und dies bei allen *Tribolium* arten. Brot aus Mehl, das mit *T. castaneum* und *T. confusum* infiziert wurde, gab völlig andere Resultate als das was mit anderen *Tribolium* arten kontaminiert war. Die Unterschiede zeigen sich durch eine dunklere Krumenfarbe, eine Volumenabnahme und einen sehr unangenehmen Geruch und Geschmack ; die beiden letzten Aspekte verstärken sich mit zunehmender Infizierungsdauer.

Die Ergebnisse bestätigen die Annahme, dass die Quinon-Sekretionen eine schlechte Wirkung auf den Geschmack des Brotes haben, das mit *Tribolium* infiziertem Mehl gebacken wude ; dieses ist unter anderem ein wichtiger Faktor in der Herabsetzung der Backqualität.

REFERENCES

IRWIN D. G., SMITH L. W. Jr, PRATT J. J. Jr, 1972. Effects of carbon dioxide and nitrogen on the secretion of para-benzoquinones by *Tribolium castaneum* (HERBST). *J. stor. Prod. Res.*, **8**, 213-219.

SMITH L. W. Jr, PRATT J. J. Jr, NII I, UMINA A. P., 1970. Baking and taste properties of bread made from hard wheat flour infested with species of *Tribolium*, *Tenebrio*, *Trogoderma* and *Oryzaephilus*. *J. stor. Prod. Res.*, **6**, 307-316.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (3), 557-561.

GRAIN INSECT CONTROL BY AERATION OF FARM SILOS IN AUSTRALIA

P. WILLIAMS

Victorian Plant Research Institute,
Burnley, Victoria 3121,
(Australia)

SUMMARY

Farm silo aeration experiments in Victoria indicated that insect development can be controlled provided that grain is adequately cooled near the north-west wall, the region subject to maximum solar heating in the southern hemisphere. Two silos each filled with 44 tonnes of wheat at 27°C and 11,5 p. 100 moisture content (w. b.) were aerated with a unit operated by a prototype controller, which selected the coldest periods each week for aeration. After 18 months storage, wheat was sampled during outloading of the silos and 13 insect species were found in each silo. One aerated silo was unshaded to the north-west, with aeration ducting remote from that region. Here a *Rhyzopertha dominica* (F.) infestation developed, producing heat and dust which retarded cooling. In the other silo, which was partially shaded, the ducting was closer to the north-west wall and there was no localised infestation of *R. dominica*. Cooling the region most affected by solar heating can be improved by positioning of ducts to give airflow bias to the region, by shading, and by coating with reflective paint or insulating. Increasing the average airflow must be limited to avoid undesirable increase in grain moisture content.

The experiment was repeated using a commercial aeration controller developed from the prototype. The duct was biased to the north-west in the unshaded silo. After 18 months storage, wheat outloaded from the aerated silos was in good condition and there was no localised infestation of *R. dominica* as in the previous experiment.

INTRODUCTION

Measurements of air temperatures in the australian wheat belt indicated that climatic conditions were favourable for aeration in Victoria, South Australia and New South Wales (Bailey, 1968). On the basis of Bailey's data, it was decided to test whether aeration could provide effective insect control in farm silos.

It was considered that an automatically controlled aeration unit requiring a minimum of maintenance was desirable. To achieve this, a prototype time proportioning controller was developed by the Commonwealth Scientific and Industrial Re-

search Organisation (C. S. I. R. O.) to operate a small aeration unit. In January 1969, an aeration experiment commenced at Dookie Agricultural College in north-eastern Victoria. The aeration unit used was installed and maintained by the Division of Mechanical Engineering, C. S. I. R. O.

MATERIALS AND METHODS

In January 1969, three 54 tonne farm silos were each filled with 44 tonnes of untreated wheat at 27°C and 11.5 p. 100 moisture content (w. b.). The aeration unit which gave an air flow of 2 litres per second per tonne through wheat was connected to two of the silos. One of these was unshaded on the north-western side (silo A), while the other was partially shaded to the north-west (silo B). The third silo (C), partially shaded to the north-west, was unaerated and acted as a control.

The prototype controller selected the coldest group of hours each week for aeration. Aeration times of 12-25-33 and 50 hours per week and continuous aeration could be selected by turning a switch which controlled the rates at which electric motors moved a thermostat setting slowly up and down a temperature scale. It also connected the fan motor directly to the power supply when set on « continuous » (ELDER, 1969 *a* and *b*).

Effectiveness of the aeration system over an 18 month storage period was monitored by thermocouples. Samples to determine grain moisture content and insect numbers were taken periodically.

The aeration controller was initially set to give a high level of aeration to reduce the temperature of the hot grain quickly to make conditions unfavourable for insects. Grain bulk temperatures fell much faster in the aerated silos than in the unaerated one. Early in May 1969, the controller was set on 12 hours per week with a low maximum response rate of 0°8C per week. It was maintained on this setting until late March 1970. An aeration level of around 12 hours per week was maintained from May until late September. Thereafter, the low response rate of the controller was intended to reduce the amount of aeration in spring and avoid reheating the bulk and adding moisture to the grain unnecessarily.

The low level of aeration during spring allowed solar heating to raise temperatures near the north walls of the aerated silos from below 18°C to around 23°C. In November the maximum response rate of the controller was increased to 2°8C per week in order to increase the amount of aeration and reduce the grain temperature near the walls for during spring there were over 500 hours suitable for aeration of which only 54 were used.

RESULTS AND DISCUSSION

During the first nine months of the experiment, examination of samples for live and dead insects in adult, pupal and larval stages revealed some secondary grain pests (< 10 insects/kg), mostly *Tribolium castaneum* (HERBST), in surface grain of all silos. But in November *Rhyzopertha dominica* (F.) was found in all silos. Additional

samples were taken from 18 locations in each silo and *R. dominica* was found in five samples from A, seven from B and 11 from C. They had the potential to produce large infestations in all silos given favourable conditions. Conditions were most suitable near the north walls of the silos where temperatures were around 23°C, the minimum temperature at which *R. dominica* can develop to pest proportions.

In the control silo, the extensive distribution of *R. dominica* in November and subsequent heating of most grain to above 23°C provided ideal conditions for an infestation and the silo was fumigated in February 1970 to prevent excessive grain damage. It was in February that temperature records indicated a possible infestation hot spot in aerated silo A. The temperature, 61 cm from the north wall, rose rapidly to nearly 34°C in March by which time it exceeded the temperature 23 cm from the wall. Temperatures from both positions in A were well above the level of those in similar positions in the other aerated silo B.

After 18 months storage when the silos were outloaded, the grain in the aerated silos was cool (below 18°C) whereas it was warm (about 23°C) in the control silo. Grain was sampled for insects during outloading and it was calculated that the number of insects per kilogram of wheat was 98 in silo A, 3 in silo B and 157 in silo C. The most numerous species in all silos was *R. dominica*. Grain damage was even more extensive in the control silo. Outloaded grain from all silos contained less than 5 p. 100 of broken and damaged grains except in the infested areas of silo A and C. In the outer zones of caked grain, over 20 p. 100 of kernels were damaged and further in up to 100 p. 100.

Temperature records and results of insect sampling indicated that there was insufficient aeration during spring. Also electrical faults occurred which were not all corrected until March 1970 and they caused a reduction in aeration between September 1969 and March 1970.

The grain damage in silo A is believed to have resulted from : 1, solar heating of the exposed north-west wall raising grain temperatures above 23°C ; 2, insufficient airflow to adequately cool the northwest sector, which was remote from the aeration duct; 3, impedance of air flow by caked grain and dust produced by the *R. dominica* infestation, before the controller faults were corrected. This further retarded the rate of cooling of grain in the infested aereas. By comparison, the north-western wall of the middle silo B was partially shaded and the duct entered on the north-western side where cooling was most needed.

As a result of this work, an improved and simplified controller was developed with two settings : one of 12 hours a day to quickly lower the temperature of hot newly harvested grain and one of 15 hours a week to cool the grain further and keep it cool. This controller was designed to ensure much more aeration during spring than the original prototype.

The new controller was tested in a repeat experiment at Dookie in which the ducting in silo A was biased towards the north-west to reduce effects of solar heating. The wheat used in this experiment had an initial temperature of 33°C and a moisture content of 9.7 p. 100 (w. b.). The experiment commenced in December 1970 and was completed in June 1972 when grain was outloaded from the aerated silos A and B after 18 months storage. The grain was sampled during outloading and it was calculated that the number of pests of stored grain per kilogram of wheat was 7 in silo

A and 6 in silo B. Most insects found in both silos were dead. In silo A, the most numerous species was *Oryzaephilus surinamensis* (L.) and in B, *R. dominica*. Grain in both silos was in good condition and there was no caked wheat infested with *R. dominica* as in the previous experiment.

Poultry feed silos near the aerated silos contained grain heavily infested with *R. dominica*, *Sitophilus granarius* (L.), *S. oryzae* (L.), *Tribolium castaneum* and *Cryptolestes ferrugineus* (Stephens). These insects had to travel only a few metres to enter the experimental silos. Aeration can prevent insect development, but it cannot prevent insects from entering a silo. Hence it is quite possible that far fewer insects would have been found in both experiments had the area around the silos been kept clear of insect pests.

In the southern hemisphere, shading of the northwest of a silo, painting with reflective paint and biasing of aeration ducts to the north-west could all contribute to reduce heating of grain and the likelihood of insect infestations developing. Method of positioning aeration ducts to give adequate air flow to the north-west, without interfering with placement of doors and outloading chutes have been described (Elder and Williams, 1972).

CONCLUSIONS

Aeration provides an effective mean of protecting farm stored grain in Victoria, and should be of value in other areas with similar climatic conditions. The new aeration controller used in the second experiment is now in commercial production.

ACKNOWLEDGEMENT

Aeration equipement was supplied and maintened throughout the experiment by C. S. I. R. O. Division of mechanical Engineering.

RÉSUMÉ

LUTTE CONTRE LES INSECTES DANS LES CÉRÉALES, PAR AÉRATION, DANS LES SILOS DE FERME EN AUSTRALIE

Les expériences d'aération dans les silos de ferme, faites dans l'état de Victoria, montrent que le développement d'insectes peut être combattu si le grain est suffisamment refroidi près du mur nord-ouest, partie recevant le maximum de chaleur solaire dans l'hémisphère sud. Deux silos, remplis chacun avec 44 tonnes de blé à 27°C et 11,5 p. 100 d'humidité, ont été ventilés par un groupe aérateur commandé par un contrôleur prototype qui sélectionne chaque semaine, pour l'aération, les périodes les plus froides. Après 18 mois de stockage, le blé fut testé au cours de la décharge des silos et 13 espèces d'insectes furent trouvées dans chaque silo. L'un des silos n'était pas protégé du soleil du côté nord-ouest et la conduite d'aération se trouvait éloignée de ce côté. Ici, une infestation de *Rhyzopertha dominica* (F.) s'est développée en produisant de la chaleur et de la poussière qui a retardé le refroidissement. Dans l'autre silo, qui était partiellement à l'ombre, la conduite d'aération était située plus près du mur nord-ouest, et il n'y a pas eu d'infestation de *R. dominica*. On peut améliorer le refroidissement de la zone la plus touchée par la chaleur solaire

en plaçant les conduites de manière à envoyer l'air de biais sur cette zone, en ombrageant et en recouvrant avec une peinture réfléchissante et isolante. L'augmentation du débit d'air moyen ne doit pas dépasser un certain niveau, afin de ne pas accroître le pourcentage d'humidité du grain au-delà de ce qui est désiré.

L'expérience a été répétée avec un contrôleur d'aération commercialisé, conçu à partir du prototype. La conduite d'aération fut orientée vers le nord-ouest dans le silo non ombragé. Après 18 mois de stockage, le blé retiré des silos d'aération était en bonne condition et il n'y avait pas d'infestation localisée de *R. dominica* comme cela s'était produit dans la précédente expérience.

ZUSAMMENFASSUNG

BEKÄMPFUNG DER GETREIDEINSEKTEN DURCH BELÜFTUNG VON FARMSILOS IN AUSTRALIEN

Versuche zur Belüftung von Farmsilos im Staate Victoria zeigten, dass die Entwicklung von Insekten kontrolliert werden kann, vorausgesetzt dass das an der Mauer der Nord-West Seite lagernde Korn, d.h. an der Stelle, die in der südlichen Hemisphäre maximaler Sonnenhitze ausgesetzt ist, genügend abgekült wird. Zwei mit 44 t Weizen (11,5 p. 100 Wasser, 27°C) gefüllte Silos wurden mit Ventilatoren, die durch einen Kontrollierprototyp gesteuert wurden und der jede Woche die kälteste Periode auswählte, belüftet. Nach 18 monatiger Lagerung wurden beim Entladen der Silos Weizenproben entnommen dabei wurden in jedem Silo 13 Insektenarten gefunden. Einer der Silos war an der Nord-West-Seite nicht sonnengeschützt und das Belüftungsrohr war von dieser Gegend weiter entfernt. In diesem Falle entwickelte sich eine Infizierung durch *Rhyzopertha dominica* (F) wobei Hitze und Staub produziert wurde, was eine Verlangsamung der Kühlung zur Folge hatte. In dem anderen, teilweise im Schatten liegenden Silo, lag das Belüftungsrohr näher an der Nord-West Mauer und hier wurde keine lokalisierte Infizierung durch *R. dominica* festgestellt. Die Kühlung der von Sonnenhitze am meisten betroffenen Stellen kann durch Schrägeinstellung des Luftstroms, Abschattung und durch Aunstreichen mit reflektierender Farbe oder Isolierung der Rohre verbessert werden. Eine Verstärkung des Luftstroms sollte begrenzt bleiben, um eine unerwünschte Erhöhung des Wassergehaltes der Körner zu vermeiden.

Der Versuch wurde mit einem vom Prototyp entwickelten kommerziellen Belüftungskontrollierapparat wiederholt. Das Belüftungsrohr wurde in Richtung Nord-West des unbeschateten Silos orientiert. Nach 18 monatiger Lagerung war der Weizen aus den belüfteten Silos in gutem Zustand und es wurde keine lokalisierte Infizierung durch *R. dominica* festgestellt.

REFERENCES

Bailey S. W., 1968. Air temperatures in the australian wheat belt and their relationship to the aeration of stored grain. *C. S. I. R. O. Div. Ent. Tech. Paper* (9), 24 p.

Elder W. B., 1969 *a*. Aeration and cooling of stored grain. *Power Farming Better Farming Digest*, **78** (3), 8-11.

Elder W. B., 1969 *b*. C. S. I. R. O. develops aeration system for farm stored grain. *Power Farming Better Farming Digest*, **78** (10), 10-13.

Elder W. B., Williams P., 1972. Position of aeration ducts important in farm silos. *Power Farming Better Farming Digest*, **81** (10), 19-21.

annales de technologie agricole

Trimestriel

1973

Vol. 22 . N° 4

INSTITUT NATIONAL DE LA RECHERCHE AGRONOMIQUE

Reproduction, même partielle, interdite sans autorisation des auteurs
et de l'Institut national de la Recherche agronomique
à l'exception des résumés

Conservation des grains récoltés humides
Preservation of wet harvested grains
Lagerung von feucht geerntetem korn

Éditeurs scientifiques :
J.-L. MULTON et A. GUILBOT

2e PARTIE

Comptes Rendus du Symposium International sur la
Conservation des Grains récoltés humides

tenu à Paris du 5 au 10 mars 1973
au Ministère de l'Agriculture et du Développement Rural

SECTION VI

- PROBLÈMES LIÉS A L'UTILISATION DES ACIDES ORGANIQUES COMME AGENTS CONSERVATEURS.
- PROBLEMS RELATED TO THE USE OF ORGANIC ACIDS AS PRESERVATIVE AGENTS.
- PROBLEME DER ANWENDUNG ORGANISCHER SAUREN ALS KONSERVIERUNGS MITTEL.

Sous la présidence

de

M. BURREL (Royaume-Uni)

et M. MOAL (France)

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (4), 567-586.

PROBLÈME DE LA STABILISATION DE LA MICROFLORE DES GRAINS HUMIDES PAR LES ACIDES ORGANIQUES

Jeanne POISSON et B. CAHAGNIER

Station de Biochimie et de Physico-Chimie des Céréales
au C. E. R. D. I. A., I. N. R. A.,
16, rue Nicolas Fortin,
75013 Paris (France)

RÉSUMÉ

Après un rappel des propriétés des acides formique, acétique et propionique qui ont motivé leur utilisation pour assurer la conservation des céréales humides, les auteurs examinent l'influence de l'acide propionique sur les constituants des céréales ainsi que sur certains facteurs d'altération des grains (enzymes, acariens et micro-organismes).

Puis, développant l'aspect microbiologique du problème, en prenant surtout le cas du maïs comme exemple, ils étudient :

— l'action extemporanée sélective et dépressive du traitement sur la microflore des grains ;
— l'évolution de la microflore résiduelle au cours d'un stockage des grains ultérieur à un traitement effectué soit avec de l'acide propionique seul, soit avec des mélanges d'acides ;
— l'importance de divers paramètres sur l'efficacité du traitement (dose d'acide, facteurs d'ambiance, état initial du grain).

Le bilan des connaissances acquises jusqu'alors fait apparaître que les chances de développement du procédé, dans une perspective d'avenir à plus ou moins long terme, dépendent non seulement de facteurs économiques, mais aussi d'une bonne maîtrise de la technique et de la qualité nutritionnelle et hygiénique du produit obtenu, ce qui implique la recherche de renseignements complémentaires.

Parmi les procédés proposés pour assurer la conservation des grains très humides sans avoir à les sécher figure leur traitement par des acides organiques, utilisés seuls ou en mélange. Cette technique a suscité un intérêt considérable et de très nombreux essais d'application ont été réalisés ces temps derniers. Néanmoins, beaucoup de problèmes restent à résoudre. Au cours de cet exposé, nous allons tenter d'ébaucher une esquisse de l'état actuel de la question, vue surtout sous son aspect microbiologique, en rappelant quelques propriétés essentielles de ces acides et en présentant

des résultats assez récents, relatifs pour la plupart à l'utilisation de l'acide propionique dans le traitement du maïs, céréale récoltée à des teneurs en eau très élevées, dont la production en rapide augmentation pose, depuis peu, dans bien des pays, un difficile problème de stockage.

I. — PROPRIÉTÉS BIOLOGIQUES DES ACIDES PROPIONIQUE, ACÉTIQUE ET FORMIQUE

Les acides propionique, acétique et formique sont facilement dégradés par les animaux à sang chaud pour lesquels ils ne sont pas toxiques aux doses technologiques ; de plus, ils possèdent des propriétés antimicrobiennes comme les autres acides organiques monocarboxyliques de la série aliphatique à laquelle ils appartiennent (KIESEL, 1913). L'ensemble de ces caractéristiques leur confère tout leur intérêt en tant qu'agent de conservation en alimentation animale.

1. — DÉGRADATION PAR LES ANIMAUX A SANG CHAUD ET CARACTÉRISTIQUES TOXICOLOGIQUES

1. 1. — *Dégradation*

Les voies métaboliques de la dégradation des acides acétique et propionique chez les organismes à sang chaud sont connues depuis longtemps : ils sont intégrés dans le cycle de KREBS par l'intermédiaire du coenzyme A (FLAVIN et OCHOA, 1957). L'acide formique est dégradé directement en H_2 et CO_2 par l'intermédiaire d'une hydrogène-lyase.

1. 2. — *Toxicité*

La toxicité éventuelle de l'acide propionique ingéré a été très étudiée il y a déjà une trentaine d'années, alors qu'il était utilisé à des fins thérapeutiques ; les essais d'ingestion répétée à court et long termes sur le rat et le lapin se sont révélés satisfaisants (HARSHBARGER, 1942 ; GRAHAM, TEED et GRICE, 1954). Pratiquement, aucun trouble physiologique notoire dû à l'ingestion d'aliments traités par l'acide propionique ne semble avoir été signalé chez les gros animaux.

Pour l'homme adulte, la dose acceptable sans aucun risque au cours d'une absorption très prolongée (1 an) est de l'ordre d'un gramme d'acide propionique par jour (OMS, 1962).

L'acide acétique, en tant que constituant du vinaigre, est incorporé dans de nombreuses préparations culinaires. Pour le rat, la DL 50 par administration orale est de 3,3 g/kg (SPECTOR, 1956).

L'acide formique, ajouté aux ensilages par exemple, est bien toléré.

Cependant, ces acides sont irritants ; les utilisateurs d'acide propionique, par exemple, doivent éviter tout contact avec ce produit et se protéger des brouillards de pulvérisation qui provoquent sur la peau et les muqueuses de fortes réactions inflammatoires et des dégénérescences superficielles des tissus (ZELLER, 1970).

2. — Action de l'acide propionique sur les facteurs enzymatiques et biologiques de dégradation des grains

2. 1. — *Facteurs intrinsèques: les enzymes*

Les données relatives à l'action du traitement sur les activités enzymatiques propres des grains sont encore peu nombreuses. Néanmoins, l'effet inhibiteur de l'acide propionique sur certaines hydrolases a été nettement mis en évidence ; c'est ainsi que des doses égales ou supérieures à 1 p. 100 réduisent très fortement l'activité amylolytique et que les activités protéolytiques (Delié *et al.*, 1970) et lipolytiques sont également touchées. Il semble qu'il en soit de même pour les aminases (Dumay, Delort-Laval et Zelter, 1972). Les lots traités ne s'échauffent pas tant qu'ils ne sont pas le siège d'un développement microbien, et le traitement abaisse la capacité germinative des grains ; il est donc vraisembable que des enzymes respiratoires et des enzymes impliquées dans le processus de germination sont inhibées.

Quoi qu'il en soit, le traitement permet de juguler une des causes importantes de la dégradation des grains destinés à l'alimentation dans la mesure où il bloque ou détruit leurs enzymes, mais en contrepartie il présente le désavantage de détériorer le pouvoir germinatif.

2. 11. *Incidences sur la composition des grains.*

Au cours du stockage, la différence qui apparaît entre la composition des grains traités et celles des grains non traités est due, sans doute pour une bonne part, à l'action de l'acide propionique sur les activités enzymatiques (Jones, 1970 ; Dumay, Delort-Laval et Zelter, 1972). Ainsi, le traitement réduit la perte de matière sèche pendant le stockags, il améliore la qualité des grains ensilés en épargnant les glucides, mais il provoque une légère diminution des substances cellulosiques, il limite la dégradation des fractions protéiques les plus riches en acides aminés essentiels, plus spécialement en lysine, il freine également l'accroissement de la teneur en azote soluble et la teneur en azote ammoniacal.

Les pains obtenus avec des farines de blé traité ne présentent aucun changement d'aspect, si ce n'est une légère diminution de volume, ce qui traduit une faible action de l'acide sur les propriétés rhéologiques du gluten (Spicher, 1970).

L'augmentation de l'acidité grasse est d'autant plus lente que la dose d'acide propionique ajoutée est plus élevée (Simon, 1970).

La diminution rapide de la teneur en béta-carotène du maïs, habituellement observée au cours des heures qui suivent la récolte, est accentuée par un traitement des grains avec les acides acétique ou propionique, puis elle se poursuit d'autant plus lentement au cours du stockage que la dose est plus élevée (Simon, Sauer et Mitchell, 1972).

La teneur en vitamines D et E d'un mélange n'est affectée ni par une dose de 0,3 p. 100 ni par une dose de 10 p. 100, en tous cas pas d'une façon nettement significative. Il en serait de même pour les vitamines A,B_2, B_{12} et le pantothénate de Ca incorporés en mélange dans de la farine de soja (Imaco, 1971).

2. 12. *Incidence sur la qualité nutritionnelle des grains traités.*

Outre les recherches effectuées sur la composition des grains traités, l'étude de leur qualité nutritionnelle a fait récemment l'objet de nombreux essais sur bovins, ovins, porcins et volailles, aussi bien en Europe qu'aux U. S. A. et au Canada (Bronsch, 1970 ; Jones, Donefer et Elliot, 1970 ; Young, Brown et Sharp, 1970 ; A. G. P. M., 1970 - 1971 ; Geay et Lienard, 1971 ; Fevrier, Bourdon et Chambolle, 1972 ; Gaye, 1972). Les résultats obtenus, satisfaisants dans leur ensemble, seront évoqués au cours de cette séance.

2. 2. — *Facteurs biologiques extrinsèques de dégradation des grains*

2. 21. *Acariens et insectes.*

Les rares données relatives à l'action de l'acide propionique sur les acariens et les insectes sont, pour l'instant, imprécises et quelque peu contradictoires.

Certains acariens paraissent peu ou pas sensibles à l'acide propionique aux doses technologiques ; c'est ainsi que nous avons constaté, à plusieurs reprises, que des lots de maïs traités avec 1,5 p. 100 étaient envahis d'acariens alors qu'ils étaient exempts de moisissures et qu'ils renfermaient encore 0,5 p. 100 d'acide. Burrell, Havers et Jones (1970) signalent la présence d'acariens, surtout de *Glycyphagus* sp., dans du grain ayant une teneur en eau de 17,9 p. 100 et renfermant encore 0,4 p. 100 d'acide. Nous avons également trouvé des larves et des mouches sur des lots de maïs recouverts de bâches en matière plastique, traités avec 1,5 p. 100 d'acide propionique ou de mélanges d'acides. Burrel, Havers et Jones (1970) notent que les larves et les papillons (*Endosis sarcitrella* et *Hofmannophila pseudospretella*) sont moins abondants sur les lots d'orge traités depuis 20 mois avec 0,8 p. 100 d'acide propionique que sur les témoins.

2. 22. *Les micro-organismes* (bactéries, moisissures et levures).

2. 221. *Métabolisme de l'acide propionique chez les micro-organismes.*

De nombreux micro-organismes sont aptes à métaboliser l'acide propionique, mais à des degrés divers. Les données acquises sur la dégradation de l'acide propionique par les micro-organismes sont assez fragmentaires : par exemple, il existe des souches de *Torula* capables d'oxyder très rapidement l'acide propionique (Bässler, 1959). Chez *Escherichia coli* (Reeves et Ajl, 1963), comme chez *Pseudomonas* (*aeruginosa* et *fluorescens*) et chez certains *Aspergillus glaucus* et *Penicillium*, l'acide propionique est intégré au cycle de Krebs par l'intermédiaire d'une isocitrate-lyase (Richards et Lloyd, 1966).

2. 222. *Activité antimicrobienne de l'acide propionique.*

Spectre d'action. Influence de la nature des micro-organismes.

Les premiers travaux relatifs au spectre d'action antimicrobienne de l'acide propionique ont surtout porté sur les micro-organismes pathogènes.

Bactéries. — C'est ainsi qu'ils ont d'abord permis de constater que les bactéries Gram négatif, à l'exception de *Proteus vulgaris* et d'*Escherichia coli* (Heseltine, 1952), sont plus sensibles au traitement que les bactéries Gram positif, les bactéries

sporulées étant les plus résistantes. Ceci a été confirmé récemment au cours des recherches effectuées sur différentes céréales dans divers pays (SINGH-VERMA, 1970 ; SPICHER, 1970 ; POISSON et CAHAGNIER, 1972). Sur maïs humide, une dose de 0,3 p. 100 d'acide propionique épargne les bactéries sporulées, mais suffit à détruire la presque totalité des Entérobactéries qui cependant, à la récolte, comme nous avons pu le constater, constituent 70 p. 100 de la population bactérienne des grains. Sur du blé ayant une teneur en eau de 20 p. 100, une addition de 0,5 p. 100 d'acide propionique laisse subsister 50 p. 100 de bactéries aérobies mésophiles (SPICHER, 1970).

Moississures. — De même, l'acide propionique agit sélectivement sur les moisissures. Sur du maïs, par exemple, les *Cladosporium*, les *Cephalosporium*, les *Verticillium* et les *Alternaria*, qui constituent plus de 80 p. 100 des moisissures à la récolte, sont très sensibles à l'acide propionique ; une dose de 0,3 p. 100 les élimine alors qu'elle laisse subsister des *Mucor* (*M. hiemalis*), des *Penicillium* (*P. terrestre*, *P. chrysogenum*, *P. pulvillorum*, *P. claviforme*, *P. roqueforti*), des *Aspergillus glaucus* (*A. ruber* et surtout *A. repens*) du *Monoascus purpureus*, du *Gliocladium*, du *Trichothecium*, des *Fusarium*, du *Byssochlamys*..., moisissures qui, la plupart du temps, à la récolte, ne se trouvent sur le maïs qu'en quantité infime (POISSON et CAHAGNIER, 1972).

Ces résultats concordent avec ceux que PELHATE (1972) a obtenus avec du maïs récolté en Bretagne. Au fur et à mesure que la dose augmente, les espèces se raréfient, les plus résistantes appartenant aux *Mucor*, aux *Penicillium* et aux *Aspergillus glaucus*.

Levures. — Les renseignements que l'on possède sur l'action de l'acide propionique vis-à-vis des levures saprophytes concernent surtout leur activité dans les pâtes boulangères et les ensilages (SINGH-VERMA, 1970 ; SPICHER, 1970). Les levures qui se trouvent à la récolte sur les grains de maïs humides, *Cryptococcus*, *Trichosporon*, *Torulopsis*, *Candida et Rhodotorula* (CAHAGNIER, 1971) sont globalement aussi sensibles que les moisissures (POISSON et CAHAGNIER, 1972).

D'une façon générale, les populations bactériennes des grains sont moins sensibles au traitement que les populations fongiques.

Mécanisme biochimique de l'action antimicrobienne.

Le mécanisme de l'action antimicrobienne de l'acide propionique est loin d'être élucidé dans son ensemble, bien qu'il ait été étudié pour un certain nombre de microorganismes pathogènes. Dans le cas de *Streptococcus faecalis*, par exemple, il a été démontré que l'acide propionique provoque un blocage de la décarboxylation oxydative du pyruvate en acétylcoenzyme A (HILL, 1952 ; KAMIHARA, 1968). Quoi qu'il en soit, il existe peu ou pas de renseignements relatifs à l'action de l'acide propionique sur les membranes, enzymes et divers autres constituants de la cellule microbienne.

Dans l'état actuel de nos connaissances, il n'est guère possible de classer les composantes de la microflore céréalière tout à la fois en fonction de leur aptitude à dégrader ou non l'acide propionique et de leur aptitude à supporter ou non des concentrations élevées en acide sur les grains. Dans ce domaine, comme dans beaucoup d'autres, les résultats obtenus *in vitro* sur milieu de culture, s'ils donnent des indications précieuses, ne sont pas transposables au grain sans vérifications, notamment sans tenir compte de la nature du substrat qui diffère.

Influence de la nature du substrat.

Si l'importance de la valeur du pH du substrat est bien connue (INGRAM, OTTAWAY et COPPOCK, 1956) (plus elle est faible, plus l'effet antimicrobien de l'acide est élevé), les autres caractéristiques du substrat, susceptibles de modifier l'action de l'acide propionique sur les micro-organismes, n'ont pas fait l'objet de recherches systématiques, qu'il s'agisse de la teneur en protéines, glucides ou lipides, en provitamines (le maïs est riche en carotène, les autres céréales ne le sont pas) et vitamines, en acides et sels minéraux ou organiques.

Influence de l'association avec d'autres agents chimiques de conservation.

Un élargissement du spectre antimicrobien, une action plus rapide, plus intense ou plus durable de l'acide propionique, peuvent être obtenus par un effet de synergie additive ou potentialisatrice en l'associant à d'autres agents de conservation. C'est dans ce sens que l'utilisation de mélanges d'acide propionique et d'acide formique ou acétique a été préconisée à maintes reprises bien que l'efficacité antimicrobienne des acides formique et acétique soit plus faible que celle de l'acide propionique, leur chaîne carbonée étant plus courte. En effet, des lots de grains traités avec de l'acide acétique ou de l'acide formique se conservent en général moins bien que des lots traités avec la même dose d'acide propionique, une élévation de la température accentuant encore la différence (HUITSON, 1966 ; SIMM, 1970 ; PALMQUIST, 1971).

L'action des associations de produits antimicrobiens varie beaucoup avec la nature des populations en contact. Ainsi, dans des ensilages d'herbe, des mélanges binaires constitués de 50 p. 100 d'acide propionique et de 50 p. 100 d'acide formique sont plus efficaces, vis-à-vis des moisissures, que l'acide propionique (utilisé seul à la même dose totale), aussi efficaces vis-à-vis des bactéries mésophiles et moins efficaces vis-à-vis des levures (SINGH-VERMA, 1970).

Plusieurs équipes de chercheurs ont indiqué des proportions d'acides à utiliser pour obtenir des mélanges efficaces, certaines sont même couvertes par un brevet (HUITSON, 1966).

Cependant, d'après d'anciens travaux, l'acide acétique serait un antagoniste de l'acide propionique. En mélanges équimoléculaires, il inhiberait 35 p. 100 de l'activité antifongique de l'acide propionique (HOFFMAN, SCHWEITZER et DALBY, 1941). Ces apparentes contradictions soulignent l'importance des multiples interactions qui peuvent se produire et qui compliquent la tâche de l'expérimentateur.

Influence d'une association avec des agents physiques de conservation.

En associant un traitement physique à l'addition d'acide propionique, on peut en modifier l'efficacité ; par exemple, une irradiation gamma renforce l'activité antimicrobienne de l'acide propionique sur les grains.

Influence des facteurs d'ambiance.

Enfin, comme nous allons le voir, tous les facteurs d'ambiance qui influent sur le développement des micro-organismes, tels que la température, la teneur en eau, la tension en oxygène..., modifient l'efficacité du traitement ; ils l'augmentent dans la mesure où ils retardent la multiplication microbienne en créant des conditions écologiques défavorables.

II. — ÉTUDE DE L'ACTION DE L'ACIDE PROPIONIQUE SUR LA MICROFLORE DES CÉRÉALES *IN SITU*

Pour illustrer la façon dont se traduit l'interférence de ces divers paramètres en technologie, nous allons examiner rapidement quelle est l'action de l'acide propionique sur la microflore des céréales à l'aide d'exemples choisis parmi les résultats déjà publiés par d'autres auteurs ou tirés d'essais que nous avons faits en laboratoire et en vraie grandeur, en collaboration avec la Société Rhone-Progil, sur du maïs-grain.

1. — *Action extemporée du traitement par l'acide propionique sur les populations microbiennes des grains*

1. 1. *Effet dépressif.*

Au moment du traitement, la population microbienne des grains diminue dans des proportions d'autant plus importantes que la dose d'acide est plus élevée. Dans le cas des bactéries du maïs, la valeur du rapport du nombre de micro-organismes

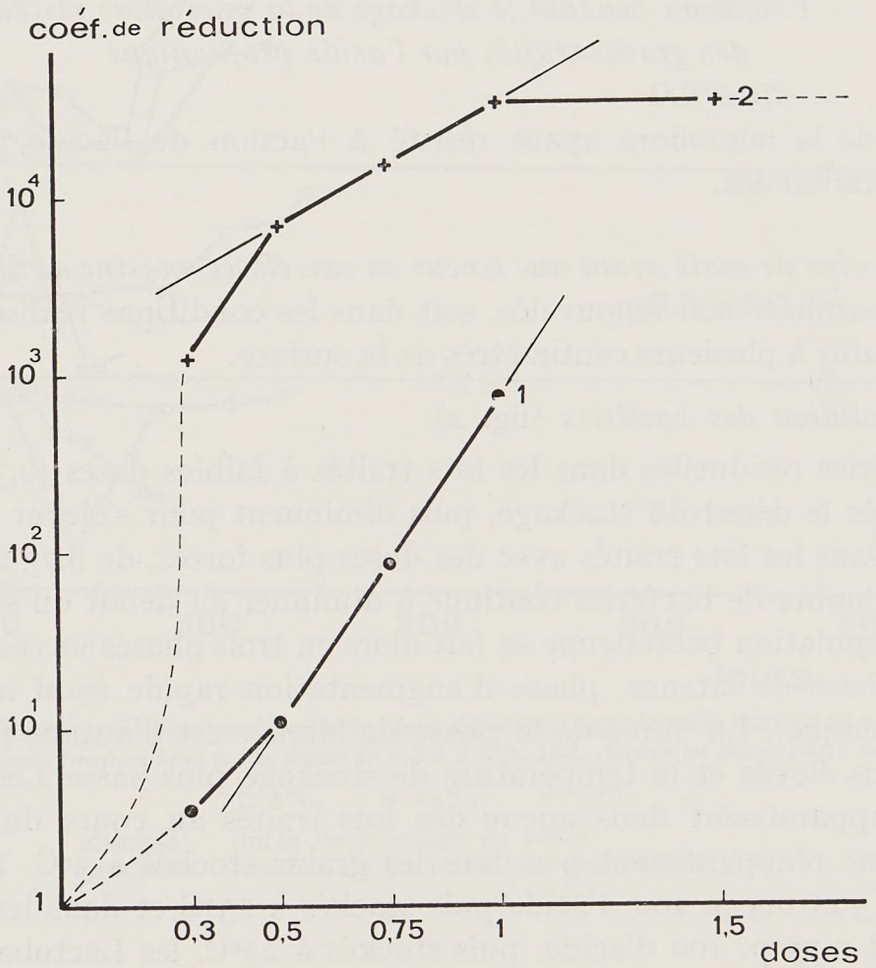


FIG. 1. — *Coefficient de réduction des bactéries présentes sur les grains de maïs ayant des teneurs en eau de 21 p. 100 SH* (courbe 1) *et de 35 p. 100 SH* (courbe 2) *en fonction de la dose d'acide propionique utilisée.*

abscisse : dose d'acide propionique
ordonnée : coefficient de réduction

revivifiables avant traitement au nombre de micro-organismes revivifiables après traitement (coefficient de réduction) est vraisemblablement représentée par une courbe d'allure sigmoïde, mais, d'après les données expérimentales, entre 0,5 et 1 p. 100, la courbe peut être assimilée à une exponentielle, aussi bien dans des lots ayant une teneur en eau de 21 p. 100 que dans ceux qui ont une teneur en eau de 35 p. 100, exprimée en p. 100 de la substance humide (SH) (fig. 1).

L'action dépressive augmente avec la teneur en eau des grains. Ce phénomène signalé par plusieurs chercheurs pour différentes céréales a conduit à diverses hypothèses ; il serait dû soit à une plus grande mobilité des molécules sur les grains les plus humides, soit au fait qu'une dessication partielle élimine les éléments floristiques les plus sensibles à l'action de l'acide propionique ou qu'un organisme placé dans des conditions favorables à son développement est plus sensible qu'à l'état quiescent.

1. 2. *Effet sélectif.*

Comme nous l'avons déjà signalé, l'action dépressive de l'acide propionique s'accompagne d'une action sélective qui aboutit à une simplification d'autant plus poussée de la microflore (raréfaction du nombre d'espèces) que la dose est plus élevée (cf. 2. 222, p. 570).

2. — *Évolution pendant le stockage de la microflore résiduelle des grains traités par l'acide propionique*

Il s'agit de la microflore ayant résisté à l'action de l'acide propionique au moment du traitement.

2. 1. *Cas de grains de maïs ayant une teneur en eau élevée, voisine de 35 p. 100,* stockés à 13°C en atmosphère non renouvelée, soit dans les conditions réalisées à l'intérieur d'un tas de grains à plusieurs centimètres de la surface.

2. 11. *Évolution des bactéries* (fig. 2).

Les bactéries résiduelles dans les lots traités à faibles doses (0,3 et 0,5 p. 100) augmentent dès le début du stockage, puis diminuent pour s'élever à nouveau très rapidement. Dans les lots traités avec des doses plus fortes, de 0,75 à 1,5 p. 100, au contraire, le nombre de bactéries continue à diminuer au début du stockage. L'évolution de la population bactérienne se fait alors en trois phases successives : phase de diminution, phase de latence, phase d'augmentation rapide (sauf avec 1,5 p. 100 d'acide propionique). La durée de la phase de latence est d'autant plus longue que la dose est plus élevée et la température de stockage plus basse. Les bactéries coliformes ne réapparaissent dans aucun des lots traités au cours du stockage. Les Lactobacilles ne réapparaissent pas dans les grains stockés à 5°C. Dans les grains traités avec 0,3 et 0,5 p. 100 d'acide puis stockés à 13°C et dans les grains traités avec 0,3-0,5 et 0,75 p. 100 d'acide, puis stockés à 22°C, les Lactobacilles se multiplient d'abord activement et régressent brutalement après la phase exponentielle de développmeent. Des *Pseudomonadaceae* (dont *P. fluorescens*) et des *Bacillaceae* (*B. cereus*) se développent à toutes les températures et à toutes les doses, excepté 1,5 p. 100 ; ils succèdent aux Lactobacilles dans les lots où ces derniers ont pu se multiplier.

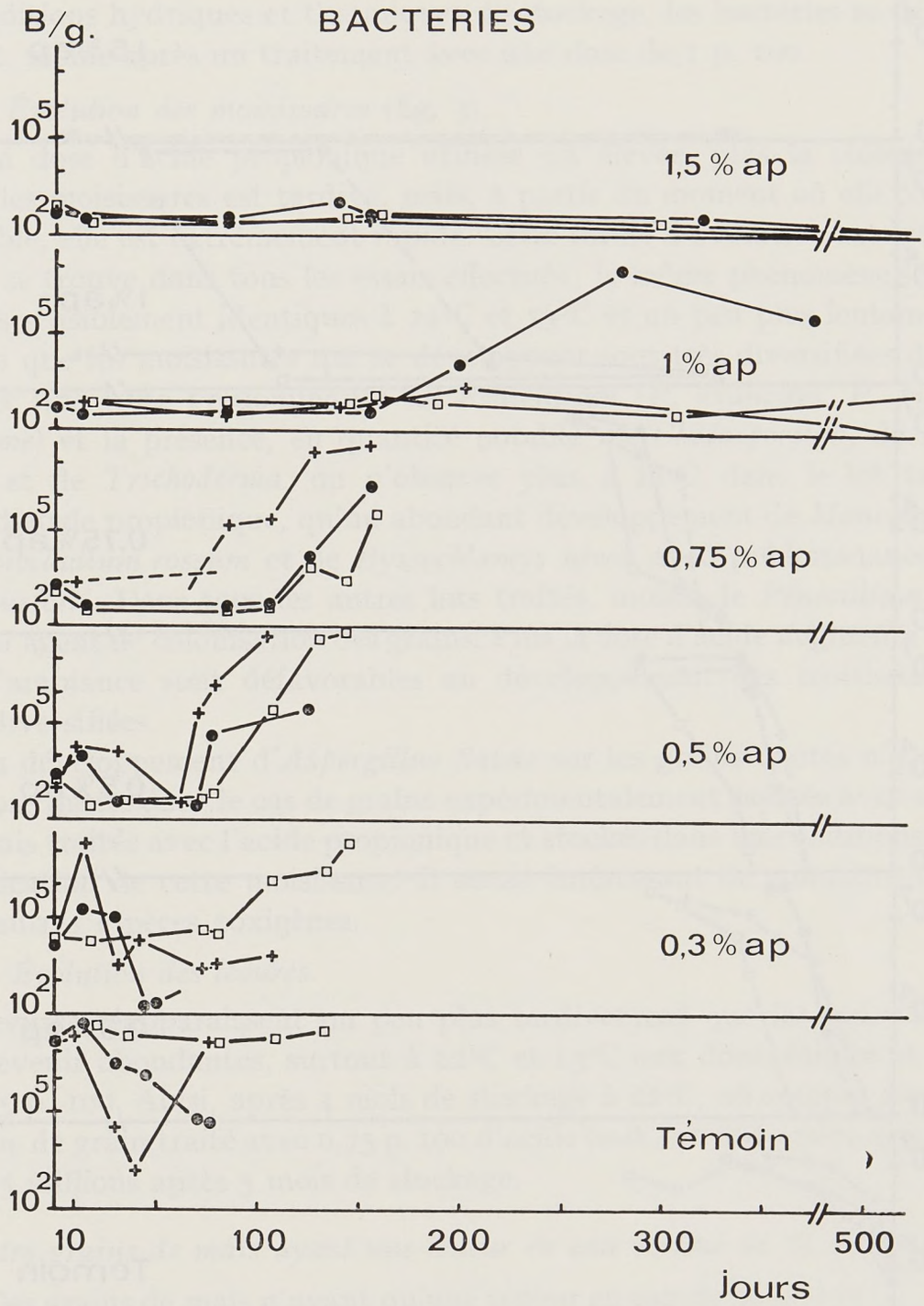


FIG. 2. — *Évolution du nombre de bactéries dans des lots de maïs humide* (teneur en eau 35 p. 100) *traités avec de l'acide propionique à des doses de 0,3 à 1,5 p. 100, stockés en atmosphère non renouvelée à :*

□ 5°C, • 13°C, + 20°C.

abscisse : durée de stockage en jours
ordonnée : nombre de bactéries par gramme de grain.

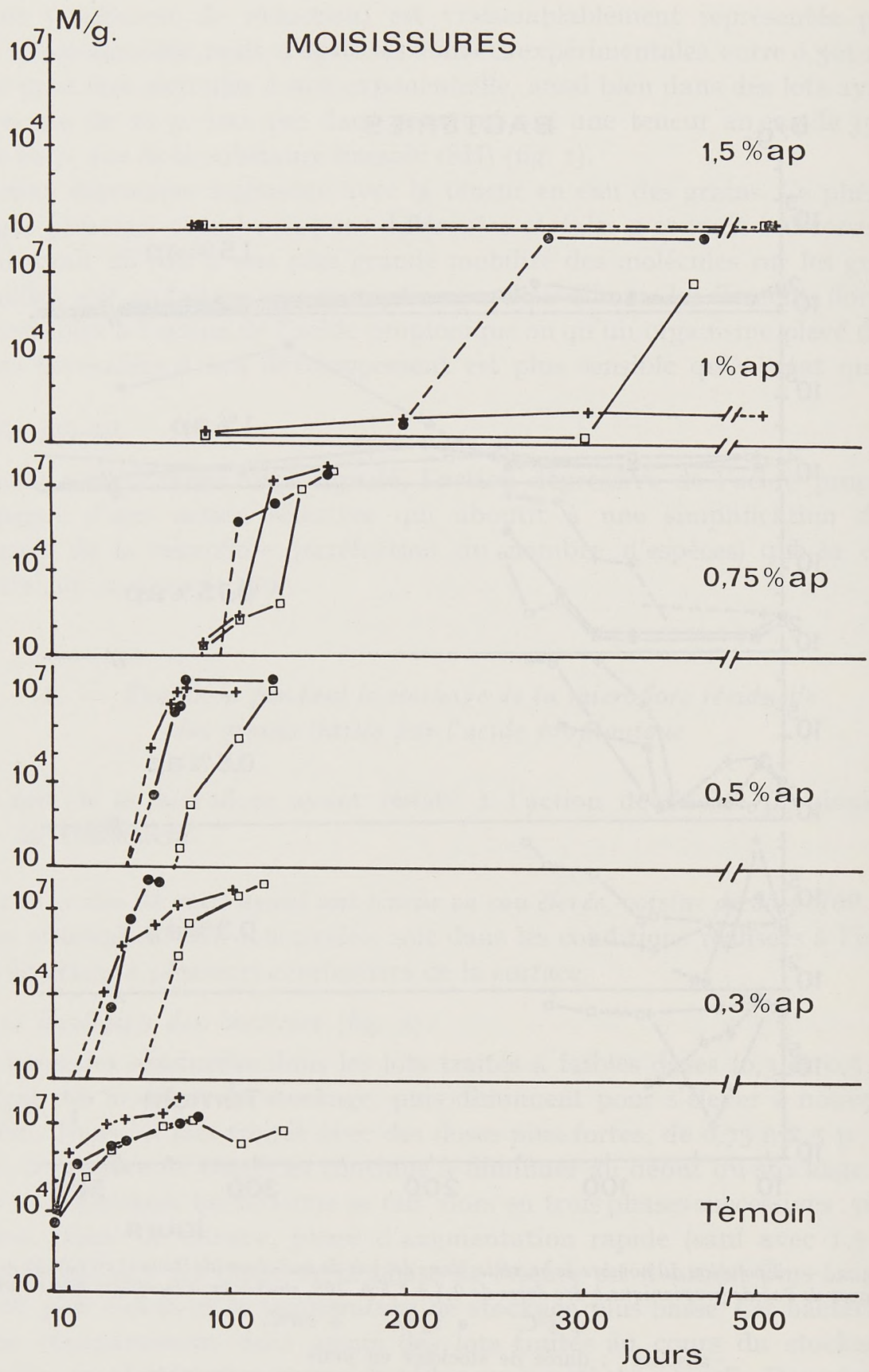


FIG. 3. — *Évolution du nombre de moisissures dans des lots de maïs humide* (teneur en eau 35 p. 100) *traités avec de l'acide propionique à des doses de 0,3 à 1,5 p. 100 stockés en atmosphère non renouvelée à :*

□ 5°C, • 13°C, + 20°C

abscisse : durée de stockage en jours
ordonnée : nombre de moisissures par gramme de grain.

Cette succession de flores différentes explique l'alternance des phases de croissance et de déclin. De semblables séquences ont été observées dans le cas de fourrages mixtes traités par l'acide propionique et de diverses céréales (SINGH-VERMA, 1970).

En atmosphère ventilée (conditions qui existent à la surface d'un tas), dans les mêmes conditions hydriques et thermiques de stockage, les bactéries se développent rapidement, même après un traitement avec une dose de 1 p. 100.

2. 12. *Évolution des moisissures* (fig. 3).

Plus la dose d'acide propionique utilisée est élevée, plus la colonisation des grains par les moisissures est tardive, mais, à partir du moment où elle commence à être décelable, elle est extrêmement rapide. Cette forme d'évolution est très caractéristique et se trouve dans tous les essais effectués ; le même phénomène se produit à des vitesses sensiblement identiques à 22°C et 13°C et un peu plus lentement à 5°C.

Tandis que les moisissures qui se développent sont très diversifiées dans les témoins, avec une forte prédominance de *Penicillium* (*P. oxalicum*, *P. pulvillorum*, *P. claviforme*) et la présence, en quantité notable, de *Cladosporium*, de *Mucor*, de *Fusarium* et de *Trichoderma*, on n'observe plus, à 22°C, dans le lot traité avec 0,3 p. 100 d'acide propionique, qu'un abondant développement de *Monoascus purpureus*, de *Gliocladium roseum* et de *Byssochlamys nivea* avec prédominance de *Penicillium roqueforti*. Dans tous les autres lots traités, moisis, le *Penicillium roqueforti* reste le seul agent de colonisation des grains. Plus la dose d'acide augmente et plus les facteurs d'ambiance sont défavorables au développement des moisissures, moins elles sont diversifiées.

Aucun développement d'*Aspergillus flavus* sur les grains traités n'a été mis en évidence, pas même dans le cas de grains expérimentalement pollués avec une souche toxigène puis traités avec l'acide propionique et stockés dans les conditions optimales de multiplication de cette moisissure. Il serait intéressant de connaître le comportement d'autres espèces toxigènes.

2. 13. *Évolution des levures.*

Les levures réapparaissent un peu plus tardivement que les moisissures, mais peuvent devenir abondantes, surtout à 22°C et 13°C aux doses faibles et moyennes 0,3-0,5-0,75 p. 100. Ainsi, après 4 mois de stockage à 22°C, on compte 1 000 levures par gramme de grain traité avec 0,75 p. 100 d'acide (soit 800 fois moins que de moisissures) et 15 millions après 5 mois de stockage.

2. 2. *Cas des grains de maïs ayant une teneur en eau voisine de 21 p. 100.*

Dans les grains de maïs n'ayant qu'une teneur en eau de 21 p. 100 :
— les bactéries et les levures régressent, quelle que soit la dose utilisée,
— les moisissures ne se multiplient qu'aux doses égales ou inférieures à 0,3 p. 100 avec implantation d'*Aspergillus glaucus* et de *Penicillium* ; elles régressent aux doses supérieures à 0,3 p. 100 alors que dans les mêmes conditions de stockage la stabilisation du maïs ayant une teneur en eau de 35 p. 100 est obtenue avec une dose 5 fois plus forte.

2. 3. *Diagramme de conservation.*

Ce genre de recherche effectué au cours de stockages expérimentaux, ainsi que l'étude des variations de température dans la masse de grains, débouche souvent

sur la détermination de diagrammes de conservation qui donnent des indications sur les doses d'acide à utiliser pour assurer la stabilité des grains en fonction des paramètres de stockage pour lesquels ils sont établis.

Trois types de diagrammes sont présentés sur la figure 4. Les doses à appliquer

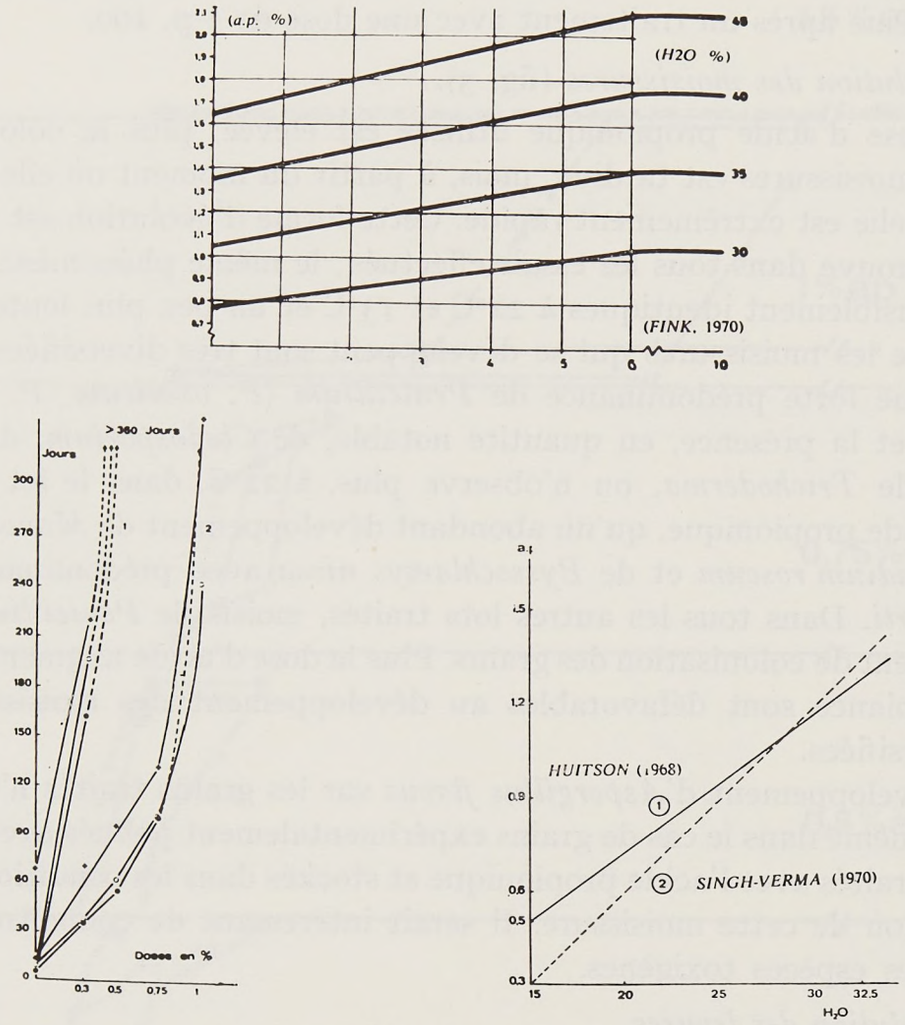


FIG. 4. — *Diagramme de conservation*

Supérieur : *dose d'acide propionique à utiliser en fonction de la teneur en eau du maïs pour en assurer la conservation pendant une durée donnée* (FINK, 1970)

abscisse : durée de stockage en jours,
ordonnée : taux d'acide propionique en p. 100 de la masse de maïs.

Inférieur gauche : *isothermes de conservation des grains de maïs traités par l'acide propionique établis en choisissant comme critère de qualité l'importance de la population fongique des grains, le seuil à ne pas dépasser étant fixé à 10^5 germes par gramme de grain :*

+ 5°C, ◧ 13°C, ● 22°C.
teneur en eau des grains : 1- 21 p. 100 ; 2- 35 p. 100.
abscisse : dose d'acide propionique p. 100 de la masse de maïs,
ordonnée : durée de stockage en jours.

Inférieur droit : *taux d'acide propionique à utiliser, en fonction de la teneur en eau des grains, pour en assurer la conservation.*

1 : suivant HUITSON (1968) dans le cas de l'orge,
2 : suivant SINGH-VERMA (1970) dans le cas des céréales (blé, orge) .
abscisse : teneur en eau des grains en p. 100 de la substance humide,
ordonnée : quantité d'acide propionique en p. 100 de la masse de grain à traiter.

sont indiquées soit en fonction de la teneur en eau des grains pour une durée de conservation de 6 mois au moins à température ambiante (diagramme inférieur droit) soit à la fois en fonction de la teneur en eau des grains et de la durée de stockage

(courbes isohydres du diagramme supérieur), soit en fonction de la teneur en eau des grains, de la température de stockage et de la durée de conservation (courbes isothermes et isohydres du diagramme inférieur gauche).

Leur comparaison est assez difficile car les caractéristiques de stockage, température et aération, pour lesquelles ils ont été établis, ne sont pas les mêmes, pas plus que les critères retenus pour indiquer le début d'altération, qu'il s'agisse de l'importance du peuplement microbien ou de l'élévation de la température. Aussi, devant la multiplicité des conditions écologiques existant aux différents niveaux d'un tas de grains, par exemple, faut-il être extrêmement prudent et prendre de larges marges de sécurité ; les producteurs d'acide en sont bien convaincus, mais, malheureusement, il n'en est pas toujours de même pour les utilisateurs.

Il faut souligner qu'un diagramme établi dans des conditions données pour une céréale donnée ne saurait, sans risque, être extrapolé à d'autre conditions et à d'autres céréales n'ayant ni même composition, ni même microflore, ni même structure, ni même surface (l'acide agissant à la surface des grains, tout au moins au moment du traitement, ces derniers paramètres sont certainement très importants). De plus, d'une année à l'autre, placés dans des conditions expérimentales identiques, des lots de maïs frais ne se comportent pas nécessairement de la même manière, comme nous avons eu l'occasion de le constater à plusieurs reprises.

3. — *Évolution, pendant le stockage, de la microflore résiduelle des grains traités par des mélanges d'acides*

Nous allons voir maintenant quelle est l'allure des courbes d'évolution globale de la microflore de grains de maïs humides (teneur en eau 35 p. 100 SH) traités par des mélanges d'acides, soit par des mélanges binaires constitués de 50 p. 100 d'acide propionique et de 50 p. 100 d'acide formique ou acétique, soit par un mélange ternaire renfermant ces trois acides à raison de 33 p. 100 chacun. Les essais étaient effectués, en même temps, en laboratoire et en semi-grandeur (essais effectués en liaison avec l'A. G. P. M. et la Société Rhône-Progil) dans des cases sous hangar, avec des grains de même origine mis en expérience aussitôt après la récolte, les doses pondérales totales des mélanges ou de l'acide propionique étant identiques.

3. 1. *Maïs-grain humide stocké en laboratoire.*

Par exemple, la figure 5 illustre l'évolution de la microflore de lots de maïs humide stockés à 22°C en atmosphère non renouvelée après avoir été traités avec 0,5 p. 100 d'acide propionique ou de mélange.

Évolution des bactéries. — Les bactéries aérobies mésophiles résiduelles se multiplient dès le début du stockage dans les grains traités avec les mélanges renfermant de l'acide acétique, plus tardivement dans les deux autres, le traitement par l'acide propionique seul étant le plus efficace, tout au moins pendant les premiers mois de stockage (fig. 5*a*). Les Lactobacilles se développent dans tous les lots, sauf dans celui qui est traité avec le mélange acide propionique-acide formique. L'allure générale des courbes d'évolution du nombre de bactéries par gramme de grain est identique à celles qui ont été présentées ci-dessus (cf. 2. 1.1).

Évolution des moisissures. — Vis-à-vis des moisissures, le traitement par l'acide propionique seul est plus efficace que les traitements par mélanges. L'allure des

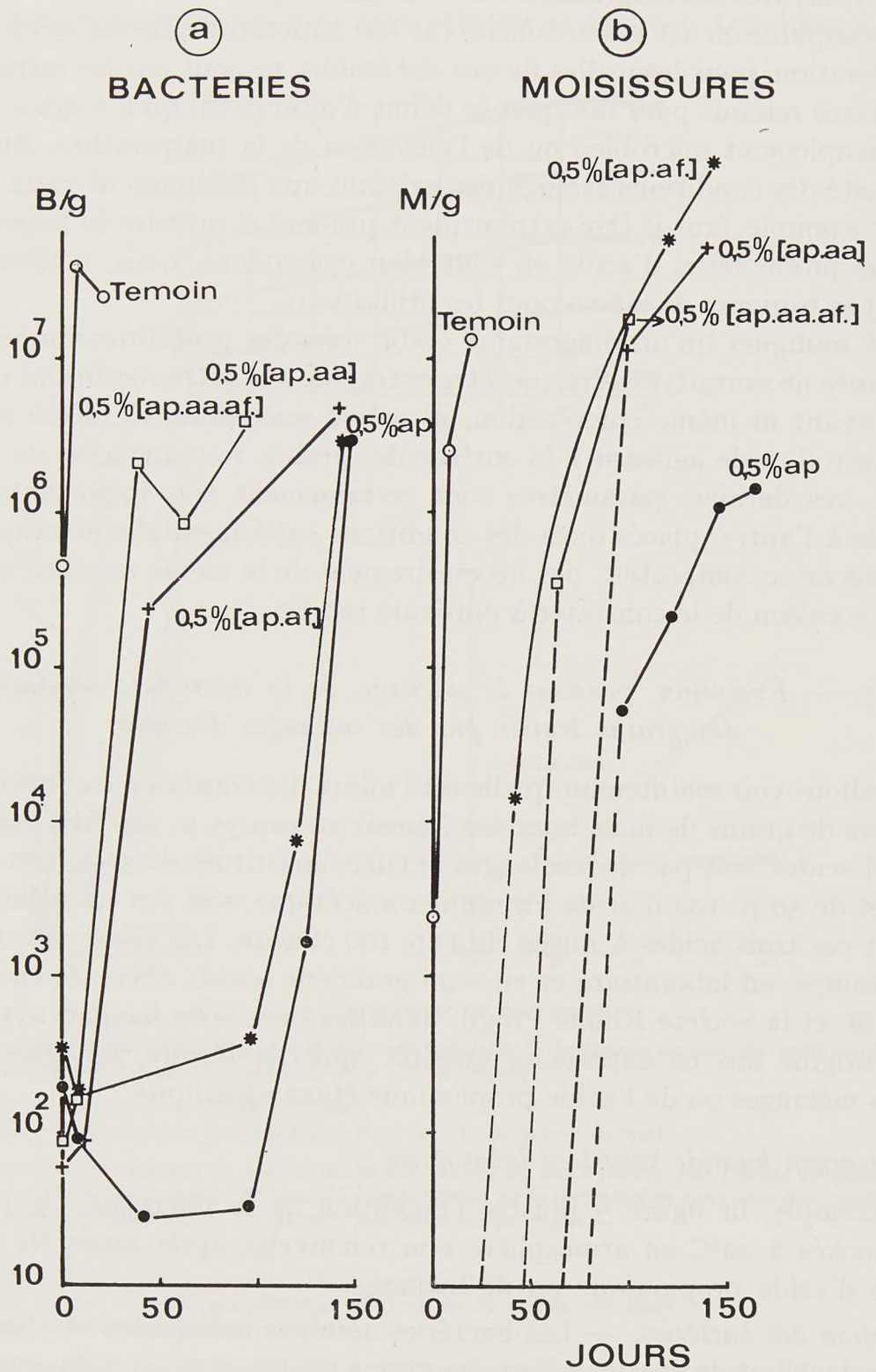


FIG. 5. — *Évolution du nombre de bactéries* (fig. 5 *a*) et *de moisissures* (fig. 5 *b*) *dans des lots de maïs humide* (teneur en eau 35 p. 100), *stockés à 22°C en atmosphère non renouvelée après traitement avec 0,2 p. 100 d'acide propionique pur* (●), *ou 0,5 p. 100 de mélange d'acide propionique avec de l'acide formique* (*), *ou de l'acide acétique* (+), *ou de l'acide formique et de l'acide acétique* □ (témoin ○).

abscisse : durée de stockage en jours
ordonnée : nombre de germes par gramme de grain.

courbes d'évolution du nombre de moisissures par gramme de grain est identique à celles que nous avons vues précédemment ; à partir du moment où les moisissures sont dénombrables (par la méthode utilisée) leur développement est très rapide (fig. 5*b*). Dans ce cas particulier, c'est une monoflore de *P. roqueforti* qui envahit les grains. En outre, des essais effectués avec des grains traités par un mélange d'acide propionique (100 parties) et d'acide sorbique (3,84 parties) ont donné de meilleurs résultats que les mélanges avec les acides volatils.

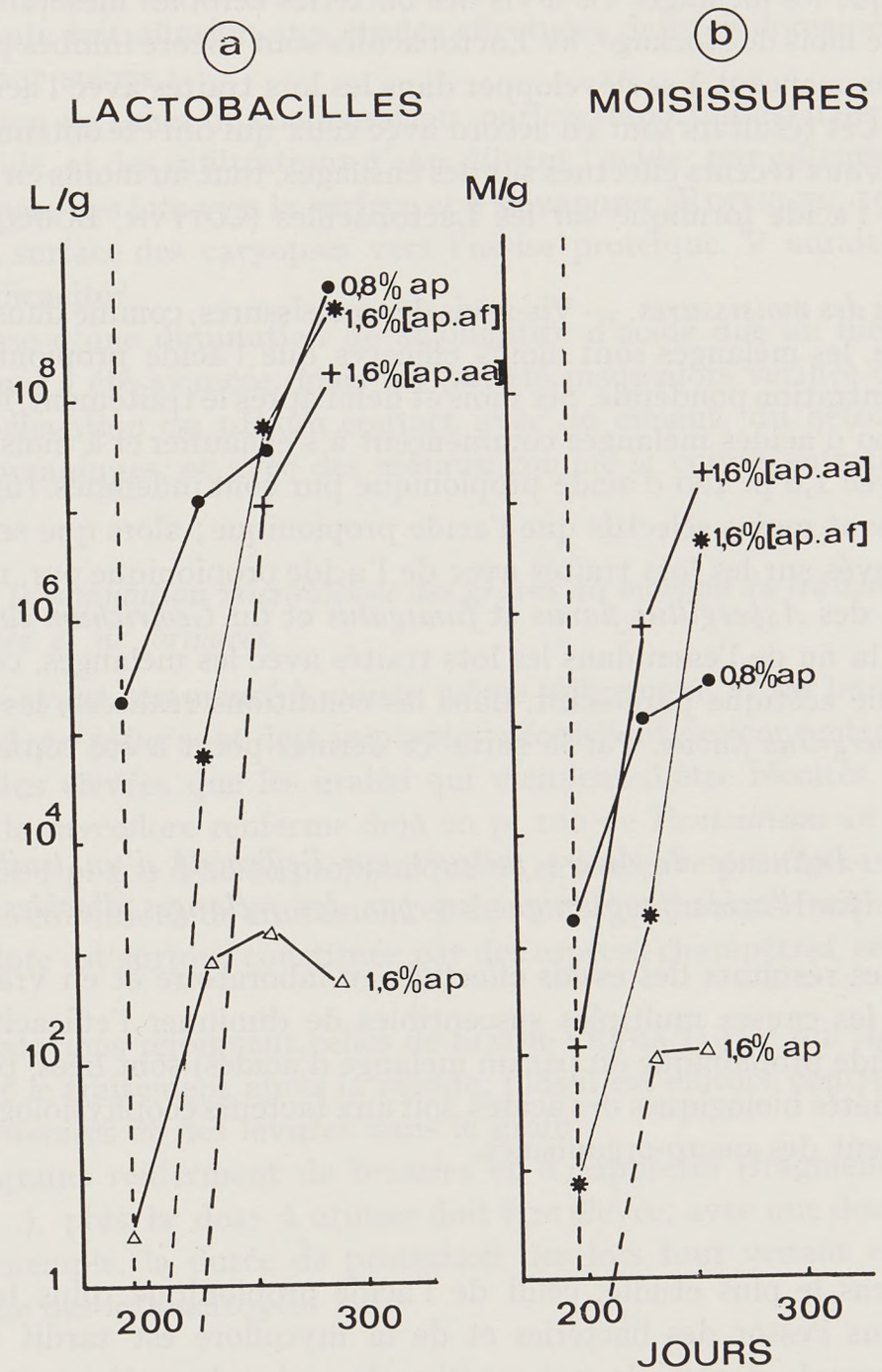


FIG. 6. — *Évolution du nombre de lactobacilles* (fig. 6 *a*) *et de moisissures* (fig. 6 *b*) *dans des lots de maïs humide* (teneur en eau 35 p. 100) *stockés en cases, à température ambiante, sous hangar, après traitement avec :*

- ● 0,8 p. 100 d'acide propionique pur
- □ 1,6 p. 100 — — —
- ✻ 1,6 p. 100 d'acides propionique et formique mélangés en parties égales
- \+ 1,6 p. 100 d'acides propionique et acétique mélangés en parties égales.

abscisse : durée de stockage en jours
ordonnée : nombre de germes par gramme de grain.

3. 2. *Maïs-grain humide stocké en cases.*

Dans le cas des essais de stockage effectués sous hangar dans des cases de 2 et 5 m³ recouvertes d'une bâche en matière plastique, les premiers prélèvements ont eu lieu 6 mois après le début des essais, au moment où les lots commençaient à s'échauffer, les analyses étant effectuées sur des échantillons moyens.

Évolution des bactéries (fig. 6). — A dose totale égale, l'acide propionique est plus efficace que les mélanges vis-à-vis des bactéries aérobies mésophiles. Par contre, vers le sixième mois de stockage, les Lactobacilles sont encore inhibés par les mélanges alors qu'ils commencent à se développer dans les lots traités avec l'acide propionique seul (fig. 6*a*). Ces résultats sont en accord avec ceux qui ont été obtenus en laboratoire et ceux de travaux récents effectués sur des ensilages, tout au moins en ce qui concerne l'influence de l'acide formique sur les Lactobacilles (Cottyn, Boucque et Buysse, 1972).

Évolution des moisissures. — Vis-à-vis des moisissures, comme dans l'essai effectué en laboratoire, les mélanges sont moins efficaces que l'acide propionique pur utilisé à même concentration pondérale. Six mois et demi après le traitement, les grains traités avec 1,6 p. 100 d'acides mélangés commencent à s'échauffer et à moisir, alors que les lots traités avec 1,6 p. 100 d'acide propionique pur sont indemnes. (fig. 6*b*). De plus, les mélanges sont moins sélectifs que l'acide propionique ; alors que seuls des *Mucors* ont été retrouvés sur les lots traités avec de l'acide propionique pur, même à la dose de 0,8 p. 100, des *Aspergillus flavus* et *fumigatus* et du *Geotrichum candidum* se sont développés à la fin de l'essai dans les lots traités avec les mélanges, ceux qui renferment de l'acide acétique paraissant, dans les conditions réalisées, les moins défavorables à l'*Aspergillus flavus*. Par la suite, ce dernier point a été confirmé au laboratoire.

4. — *Influence de divers facteurs sur l'efficacité d'un traitement par l'acide propionique ou par des mélanges d'acides*

D'après les résultats des essais effectués en laboratoire et en vraie grandeur, il apparaît que les causes multiples susceptibles de diminuer l'efficacité d'un traitement (par l'acide propionique ou par un mélange d'acides) sont liées, pour la plupart, soit aux propriétés biologiques des acides, soit aux facteurs écophysiologiques régissant le comportement des micro-organismes.

4. 1. *Dose.*

Dans le cas le plus étudié, celui de l'acide propionique, plus la dose d'acide est élevée, plus l'essor des bactéries et de la mycoflore est tardif ou totalement inhibé. Par exemple, à 13°C, la conservation de grains de maïs ayant une teneur en eau de 35 p. 100 est approximativement multipliée par deux chaque fois que la dose d'acide propionique augmente de 0,25 p. 100 environ entre 0,3 p. 100 et 1 p. 100. Mais la même dose appliquée à des céréales différentes, toutes autres conditions étant égales, a-t-elle même efficacité, compte tenu des différentes valeurs du rapport surface-masse ? Ceci reste à vérifier.

Dans les conditions de nos essais, nous avons constaté que le développement des micro-organismes sur les grains de maïs correspond à une baisse très significative de

la quantité d'acide. Il semble que les bactéries commencent à se développer à des doses résiduelles d'acide propionique inférieures à 0,75 p. 100 et les moisissures à des doses inférieures à 0,25 p. 100 (dosages effectués par la Société Rhône-Progil).

Tous les facteurs qui contribuent à amoindrir la quantité d'acide enrobant les grains entraînent une atténuation ou une disparition de la protection due au traitement. Une répartition hétérogène de l'acide crée des foyers sous-traités plus vulnérables. Dans quelle mesure la vitesse de diffusion de l'acide au sein d'une masse de grains peut-elle pallier un manque d'homogénéité initial (HYDE et BURREL, 1971)? Il sera sans doute fait allusion aux études effectuées dans ce domaine au cours des exposés qui vont suivre.

La formation de zones de condensation, parfois importantes, dans une masse de grain très humide, et des infiltrations d'eau, diluent l'acide ; par ailleurs, il a tendance à migrer de la base des lots vers la surface et à s'évaporer (RINTELEN, 1971) ; il migrerait aussi de la surface des caryopses vers l'assise protéique. Y aurait-il, de ce fait, une baisse d'efficacité?

L'hypothèse d'une diminution de la quantité d'acide due au métabolisme des micro-organismes a été avancée, mais n'a pas été jusqu'alors vérifiée de façon satisfaisante. Une élévation du pH, un contact avec du ciment, du béton, certain sels minéraux ou organiques, et avec des métaux comme le cuivre, entraînent une perte d'efficacité.

4. 2. *Nature de la population microbienne des grains au moment du traitement et présence d'impuretés et de brisures.*

Les grains ayant commencé à moisir, même légèrement, et sur lesquels des *Penicillium* et des *Aspergillus* sont déjà implantés, nécessitent des concentrations en acide propionique plus élevées que les grains qui viennent d'être récoltés. Par exemple, du maïs dont la mycoflore renferme déjà 20 p. 100 de *Penicillium* au moment d'un traitement avec 1 p. 100 d'acide propionique ne se conserve pas trois mois, alors que, dans les mêmes conditions de traitement et de stockage, du maïs fraichement récolté, dont la mycoflore est surtout constituée par des espèces champêtres, se conserve huit mois.

Ces constatations rejoignent celles de SINGH-VERMA (1971) qui signale que plus tôt est effectué le traitement après la récolte, plus il est efficace contre le développement des moisissures et des levures dans le grain.

Plus les grains renferment de brisures et d'impuretés (fragments de rafle, de feuilles, terre...), plus la dose à utiliser doit être élevée; avec une dose de 0,5 p. 100 d'acide, par exemple, la durée de protection des lots tout venant est moitié plus courte que celle des lots nettoyés.

4. 3. *Caractéristiques du stockage ou facteurs d'ambiance.*

Les caractéristiques du stockage doivent toujours être prises en considération pour évaluer la durée probable de protection par le traitement.

Plus les facteurs d'ambiance sont favorables au développement des micro-organismes, moins la période de stabilité des grains est longue. Ainsi, en atmosphère renouvelée, la durée de protection d'un maïs humide traité avec 1 p. 100 d'acide propionique est d'un mois et demi environ à 13°C, alors qu'elle est de huit mois en atmo-

sphère confinée, toutes autres conditions étant égales. Une augmentation de la température de stockage joue dans le même sens ; par exemple une dose de 0,5 p. 100 retarde la multiplication des bactéries pendant deux mois et demi à 5°C et n'a pratiquement pas d'action à 22°C. Une augmentation de la teneur en eau agit dans le même sens ; avec 0,3 p. 100 d'acide, le maïs ayant une teneur en eau de 21 p. 100 se conserve quatre mois de plus que le maïs ayant une teneur en eau de 35 p. 100. Ainsi, il suffit d'associer un séchage modéré du grain à une faible addition d'acide pour prolonger de façon importante la durée de conservation. Du maïs ayant une teneur en eau de 21 p. 100 et traité avec 0,5 p. 100 d'acide propionique est préservé de tout développement de moisissures pendant plus d'un an.

CONCLUSION

Quelles sont, dans ces conditions, les chances de développement du procédé? Il est, certes, susceptible de rendre de grands services. Va-t-il être de plus en plus utilisé, ou ne connaît-il qu'un engouement passager et restera-t-il le palliatif d'une insuffisance en équipement traditionnel (COOPER et MONTGOMERY, 1972)?

La liste des facteurs que l'utilisateur doit prendre en considération pour fixer son choix et établir la rentabilité de l'opération a été maintes fois dressée ; elle va du coût du traitement à la qualité nutritionnelle du produit obtenu et aux performances zootechniques qu'il permet de réaliser.

Mais il est un point qui est rarement évoqué, c'est celui de la valeur hygiénique du produit. Dans quelle mesure les acides organiques utilisés sélectionnent-ils des espèces microbiennes indésirables ou bénéfiques capables de s'implanter en cas d'insuffisance du traitement?

Il est bien évident qu'une meilleure compréhension sur le plan fondamental du comportement, *in situ*, des différentes espèces microbiennes céréalières vis-à-vis des acides organiques permettrait de mieux maîtriser le traitement et de l'orienter en fonction du résultat désiré.

SUMMARY

PROBLEMS OF STABILIZATION OF THE MICROFLORA OF WET HARVESTED GRAINS BY ORGANIC ACIDS

After recalling the properties of formic, acetic and propionic acids which led to their use as preservatives of wet harvested grains, the authors study the influence of propionic acid on the cereal grain components as well as on some damaging agents of the grain such as enzymes, mites and micro-organisms.

Then, emphasizing the microbiological aspect of the problem, the authors study the following points, with special reference to maize :

1. the selective and depressive effect of the treatment on the microflora of grains,
2. the evolution of remaining microflora on grains during storage after treatment with either propionic acid only or mixtures of acids,
3. the importance of some factors on treatment efficiency (acid amounts, storage conditions, initial quality of the grain).

The now available information shows that the possibilities of development of this process in the near or far future depends not only on economical factors but also on a good control of the technique and of nutritive and hygienic value of treated grains, which implies further studies.

ZUSAMMENFASSUNG

STABILISIERUNG DER MIKROFLORA VON FEUCHTEM GETREIDE DURCH ORGANISCHE SÄUREN

Die Eigenschaften von Ameisen-, Essig- und Propionsäure, die zur Anwendung der Säuren als Konsrvierungsmittel von feuchtem Getreide gefhrüt haben, werden kurz erläutert. Danach wird die Wirkung von Propionsäure auf die Inhaltsstoffe von Getreide, sowie auf einige biologische Faktoren, die für die Veränderung des Korns verantwortlich sind (Enzyme, Milben, Mikroorganismen) untersucht.

Der mikrobiologische Aspekt wird insbesondere am Beispiel vom Mais ausführlicher besprochen und folgende Gesichtspunkte werden untersucht :

— die unverzüglich eintretende selektive und depressive Wirkung der Behandlung auf die Mikroflora der Körner.

— die Veränderung der Residualmikroflora während der Lagerung von Körnern nach einer Behandlung mit Propionsäure allein oder einer Säuremischung.

— die Bedeutung der verschiedenen Parameter auf die Wirksamkeit der Behandlung (Säurenmenge, Lagerungsbedingungen, ursprünglicher Zustand der Körner).

Bisherige Kenntnisse auf dem Gebiet machen deutlich, dass die Weiterentwicklung dieses Prozesses nicht nur von wirtschaftlichen Faktoren abhängt. Es ist erforderlich, das die Handhabung und Anwendung der Säuen ausreichend beherrscht werden und dass die ernährungsphysiologische und hygienische Qualität der erhaltenen Produkte gesichert ist. Aus diesen Gründen sind weitere Forschungs arbeiten auf dem Gebiet notuendig.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

A. G. P. M. (Association Générale des Producteurs de Maïs, Pau), 1970 et 1971. *C. R. réunions « Acide propionique ».*

Bässler K. H,. 1959. Zusammenfassende Übersichtsberichte, Stoffwechsel und Stoffwechselwirkungen von Propionsaüre im Hinblick auf ihre Verwendung als Konservierungsmittel. *Z. Lebensmitt. Unt. Forsch.*, **110**, 28-42.

Bronsch K. 1970. Die Propionsaüre. Ein Konservierungsmittel für Mischfutter. *Die Mühle*, **107** (31), 460-461.

Burrell N. J., Havers S. J., Jones J. R., 1970. *Projet du prochain rapport d'activité du Pest Infestation Control Laboratory*. Slough, Bucks, England.

Cahagnier B., 1971. *La microflore du maïs-grain humide. Composition et évolution en fonction de différents modes de stockage. Action de traitements stabilisants.* Mémoire présenté au C. N. A. M. (ingénieur DPE), Paris.

Cooper D. J., Montgomery G. F., 1972. La conservation des céréales par les acides organiques. *Canadex*, (110), 62.

Cottyn B. G., Boucque C. V., Buysse F. X., 1972. La valeur de l'acide propionique et de l'acide formique en tant que produits pour ensilage et leur influence sur l'ingestion alimentaire chez les génisses. *Rev. Agric.*, Bruxelles, **4**, 623-639.

Delié I., Žakula S., Vučurevie N., Stojsavljevié T., Čurcié R., Lazor M., Vlahovié M., Vučkovié M., 1970. *A study of moist corn preservation with propionic acid.* Institute of Food Industry. Feed technology Department, Novi Sad.

Dumay C., Delort-Laval J., Zelter S. Z., 1972. Qualité des ensilages de maïs-grain humide préservés par l'acide propionique. *Journées de la Recherche porcine en France*, 127-134.

Février C., Bourdon D., Chambolle M., 1972. Valeur alimentaire du maïs humide conservé par l'acide propionique pour la truie et le porcelet, et du maïs ensilé pour le porc en croissance-finition. *Journées de la Recherche porcine en France*, 135-142.

Fink F., 1970. Die Propionsaüre als Mittel zur Haltbarmachung von Frischgetreide. *B. A. S. F. Mitt. für den Landbau*, 74-89.

FLAVIN M., OCHOA S., 1957. Metabolism of propionic acid in animal tissues. Enzymatic conversion of propionate to succinate. *J. biol. Chem.*, **229**, 965-979.

GAYE A., 1972. Influence du traitement du maïs à l'acide propionique sur l'engraissement du porc charcutier. *Journées de la Recherche porcine en France*, 143-147.

GEAY Y., LIENARD G., 1971. Influence du mode de conservation du maïs-grain sur son utilisation pour l'engraissement des taurillons. *Bull. C. R. Z. V.*, (3), 33-41.

GRAHAM W. D., TEED H., GRICE H. C., 1954. *J. Pharm. Pharmacol.*, (**6**), 534.

HARSHBARGER K. E., 1942. Report of a study on the toxicity of several food preservating agents. *J. Dairy Sci.*, **25**, 169-174.

HESELTINE N. W., 1952. Sodium propionate and its derivatives as bacteriostatics and fungistatics. *J. Pharmacol.*, **4**, 577-581.

HILL C. H., 1952. Studies on the inhibition of growth of *Streptococcus faecalis* by sodium propionate. *J. biol. Chem.*, (**99**), 329-332.

HOFFMAN C., SCHWEITZER T. R , DALBY G., 1941. The fungistatic properties of binary fatty acid mixtures. *J. amer. chem. Soc.*, (**63**), 1472-1473.

HUITSON J. J., WATTS P. W. J., 1966. *Procédé pour empêcher le développement des moisissures dans les récoltes.* Brevet déposé en Grande-Bretagne le 23-12, n° 57, 698/1966. Distillers chemicals and plastics limited (5 pages).

HUITSON J. J , 1968. Cereals preservation with propionic acid. *Process Biochem.* (**3**), 11, 31-32.

HYDE M. B., BURRELL N. J., 1971. *Some recent aspects of grain storage technology.* International Symposium on grain storage, Winnipeg. Juin (sous presse).

IMACO-BASF., 1971 Notes non publiées.

INGRAM M., OTTAWAY. F. J. H., COPPOCK J. B. M., 1956. The preservative action of acid substances in food. *Chem. Industry*, 1 154-1 163.

JONES G. M., 1970. Preservation of high moisture corn with volatile fatty acids. *Can. J. anim Sci.*, **50**, 739-741.

JONES G. M., DONEFER E., ELLIOT J. I., 1970. Feeding value for dairy cattle and pigs of high moisture corn preserved with propionic acid. *Can. J. anim. Sci.*, **50**, 483-489.

KAMIHARA T., YABUSHITA H., FUKUI S., 1968. Studies on pyruvate oxidation and related metabolism in *Streptococcus faecalis*. I. On the mechanism of growth inhibition by propionate. *J. agr. chem. Soc. Japan*, **42**, 146-151.

KIESEL A., 1913. Cité dans *Handbook of Food Additives*, 159.

O. M. S., 1962. 6e *rapport du Comité mixte F. A. O., O. M. S.* n° 228. Librairie Arnette, Paris.

PALMQUIST D. L., 1971. Preservation of high moisture corn. *Ohio agric. Res. Dev. Center.* **54**, 24-25.

PELHATE J., 1972. *Moisissures des maïs-grains en cours de conservation. Leur inhibition par l'acide propionique.* Note présentée à la Société de Mycologie (sous presse).

POISSON J., CAHAGNIER B., 1972. Aspect microbiologique de la conservation du maïs-grain humide par l'acide propionique. *Ann. Technol. agric.*, (sous presse).

REEVES H. C., AJL S. J., 1963. Enzymatic formation of lactate and acetate from α-hydroxyglutarate. *Biochem. biophys. Res. Comm.*, **12** (2), 132-136.

RICHARDS S. A., LLOYD D., 1966. The growth of *Aspergillus glaucus* sp. on propionate. *Biochem. J.*, **99** (3), 56 p.

RINTELEN P., 1971. *Analyse de l'emploi de l'acide propionique sur céréales et maïs-grains du point de vue de l'économie de l'exploitation.* Institut de l'Économie Rurale de Weihenstephan.

SIMON J. A., 1970. Chemical control of micro-organisms in stored grains. *Agric. Plant Pathology*, 6373, B.

SIMON J. A., SAUER D. B., MITCHELL H. L., 1972. Changes in carotene content of maize treated with propionic and acetic acids. *J. stor. Prod. Res.*, **8**, 161-165.

SINGH-VERMA S. B., 1790. Propionsäure, ein geeignetes Silierhilfsmittel zur Verhinderung von Nachgärung. *B. A. S. F. Mitt für den Landbau*, 103-113.

SINGH-VERMA S. B., 1970. Über den Einsatz der Propionsäure zur Konservierung von industrielle hergestellten Mischfuttermitteln sowie von feuchtem Getreide und Maïs. Ergebnisse der mikrobiologischen Untersuchungen. *Zbl. Bakt. Parasit. Infekt. Hyg.*, **125** (1), 100-111.

SINGH-VERMA S. B., 1971. Einsatz der Propionsäure zur Nachkonservierung von Getreide und Körnermais sowie ihr Wirkungsmechanismus. *Landw. Forsch.*, **26** (11), 71-86.

SPECTOR W. S., 1956. Cité dans *Handbook of Toxicology*, I. B. W. V. Saunders and C°, New York.

SPICHER G., STEPHAN H., 1970. Auswirkungen einer Propionsäure-Behandlung von Getreide auf eine Mikroflora und das backtechnische Verhalten des Mehles. *Getreide und Mehl*, **9**, 73-80.

YOUNG L. G., BROWN R. G., SHARP B. A., 1970. Propionic acid preservation of corn for pigs. *Can. J. anim. Sci.*, **50**, 711-715.

ZELLER H., 1970. Sind toxische Nebenwirkungen bei Verwendung von Propionsäure für Frischgetreide konservierung und zur Konservierung von Mischfutter zu erwaten. *B. A. S. F. Mitt. für den Landbau*, 9-18.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (4), 587-593.

CHEMICAL CONTROL OF FUNGI AND BACTERIA IN STORED HIGH-MOISTURE FEED GRAINS

C. C. BERNIER

Departement of Plant Science,
The University of Manitoba,
Winnipeg, Manitoba, R3T 2N2 (Canada)

SUMMARY

Formic acid, acetic and propionic acid and mixture of acetic and propionic acids in 1 : 1 and 7 : 3 (v/v) ratios (1 : 1 A-P and 7 : 3 A-P respectively) were evaluated for their ability to inhibit the development of molds and bacteria in wheat, triticale, barley and oats. Each grain was treated at moisture contents (MC) of about 20 p. 100, 25 p. 100 and 30 p. 100. Each acid was applied to two 100 g lots of grain at three levels of acid. Treated lots in stoppered glass bottles were stored at 22°-28°C for 12-14 months and observed regularly for evidence of mold growth. Fungal and bacterial populations were determined by making plate counts at intervals of 2-5 months using malt agar + 7.5 p. 100 NaCl and potato dextrose agar. For wheat, triticale and barley at a MC of 30 p. 100, all the acids were effective against fungi and bacteria at levels of 1.0 and 1.5 p. 100 acid. For barley, acetic, propionic and 1 : 1 A-P were also effective at 0.5 p. 100 acid. At this moisture content, oats were treated only with propionic 1 : 1 A-P and 7 : 3 A-P and only the first two were effective and only at 1.5 p. 100 acid. In wheat, triticale and barley at MC of 25 p. 100, all acids were effective at levels of 0.5 p. 100, 1.0 p. 100 and 1.25 p. 100 acid, with the exception of acetic acid which was not effective at these levels in triticale. In oats, all acids were effective at the level of 0.5 p. 100 acid. At a MC of 20 p. 100, all acids were effective at levels of 0.25 p. 100, 0.5 p. 100 and 1.0 p. 100 for wheat. For triticale, acetic acid was ineffective at all 3 levels of acid and the other acids were all ineffective at levels of 0.25 p. 100 acid. For oats, all the acids were effective at 1.0 p. 100 acid only. Control was achieved most readily in barley and only at the highest level of acid in oats. In general, propionic acid and 1 : 1 A-P were the most effective followed by 7 : 3 A-P.

INTRODUCTION

The use of propionic acid and of propionic-acetic acid mixtures to prevent spoilage of high-moisture feed corn and barley was developed in England several years ago. The utilization of organic acid has only recently received attention in Canada,

particularily with respect to feed corn (JONES, 1970 ; YOUNG *et al.*, 1970). In this study, several organic acid and combinations of acids were evaluated for their ability to prevent the development of molds and bacteria in other feed grains.

MATERIALS AND METHODS

The following cereal cultivars were harvested at the moisture contents (MC) stated, using conventional farm equipment : *Pitic 62* feed wheat (*Triticum aestivum* L.) 24.6 p. 100 ; *Rosner* triticale (*Triticale* sp) 19.6 p. 100 ; *OA-123* oats (*Avena sativa* L.) 11.7 p. 100 and *Herta* barley (*Hordeum vulgare* L.) 17.3 p. 100. A second lot of *Rosner* triticale was harvested at a MC of 30.2 p. 100 using small plot equipment. Each grain

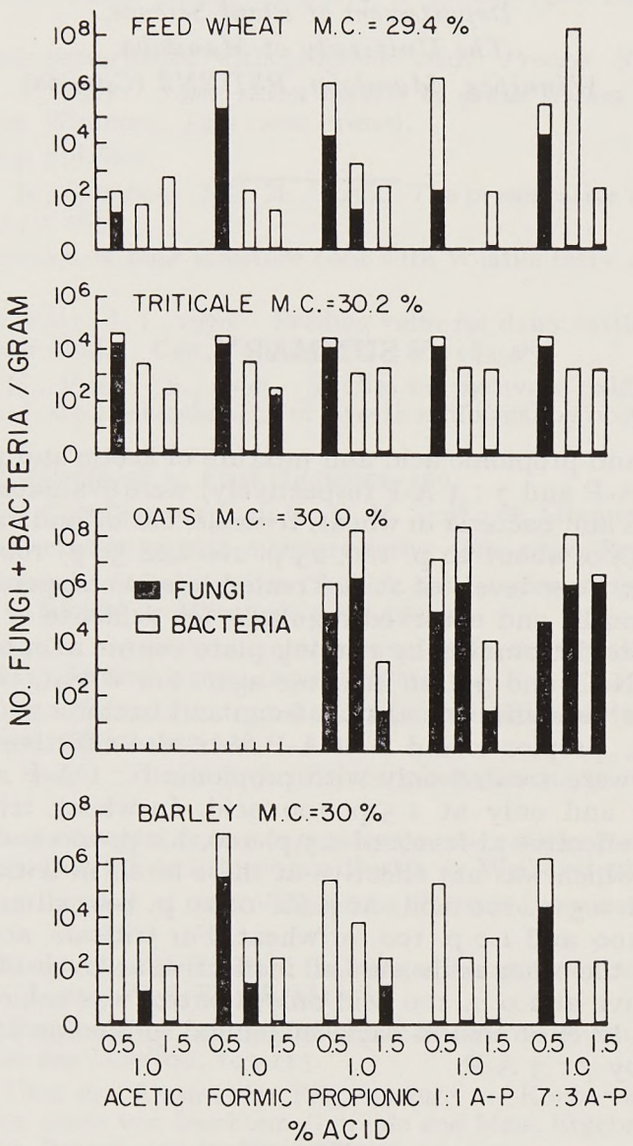


FIG. 1. — *Development of fungi and bacteria in acid-treated grains at a moisture content* (MC) *of about 30 p. 100 Values are the highest counts obtained during a storage period of 12-14 months*

was separated into three lots and the MC was adjusted, where required, to approximately 20, 25 and 30 p. 100. Higher MC were obtained by adding weighed amounts of sterile distilled water to weighed amounts of grain in glass bottles. Lower MC were obtained by drying the grain on paper towels in a convection oven at about 32°C. MC were determined with the Air-Oven Rapid Moisture Tester (Brabender Corp., South Hackensack, N. J.) and are expressed on a wet weight basis.

Formic, acetic and propionic acids and mixtures of acetic-propionic acids in 1 : 1 and 7 : 3 (*v/v*) ratios, (1 : 1 A-P and 7 : 3 A-P) respectively, were evaluated at each of three levels of acid, which varied with the MC of the grain (fig. 1 and 3). Each acid treatment was applied *w/w* to two 100 g lots of grain in 300 ml glass bottles with metal screw caps. The bottles were shaken by hand after addition of one half of the acid and again after addition of all the acid. Treated and untreated lots were stored in closed paper cartons at 22-28°C for 12-14 months and observed regularly for mold growth. Two weeks after treatment, the bottle caps were loosened slightly.

Fungal and bacterial populations were determined on one lot of each treatment by the standard dilution-plate technique using malt agar + 7,5 p. 100 NaCl and potato dextrose agar. Five g samples (fresh weight) were comminuted in 500 ml of sterile suspension medium (1.2 g agar in 1 000 ml distilled water) in a Waring blender for 5 mn. One ml aliquots of an appropriate dilution were added to each of five Petri dishes for each medium, prior to addition of the cooled medium. Treatments yielding zero counts at any dilution greater than 1 : 100 for fungi and 1 : 1 000 for bacteria were repeated immediately at these lower dilutions. Microbial counts were taken at irregular intervals of 2-5 months, beginning with grains having received the lowest level of acid. Since no attempt was made to measure the progressive development of microbial populations with time in treated samples, only the highest microbial counts obtained in each treatment are presented.

RESULTS AND DISCUSSION

The initial counts for all the untreated grains ranged from 1×10^3 to 1×10^4 colonies/g of grain for fungi and were slightly higher for bacteria. All the untreated lots spoiled rapidly and fungal and bacterial populations reached 1×10^6 to 1×10^8 colonies/g within 7-10 days.

In grain at a MC of about 30 p. 100 (fig. 1), the acids were all highly effective against fungi at levels of 1.0 and 1.5 p. 100 acid for wheat, triticale and barley. Slight mold growth was generally visible on some kernels when counts reached 1×10^4 colonies/g and treatments were considered ineffective when counts reached or exceeded this level. For barley, acetic, propionic and 1 : 1 A-P were also effective at 0.5 p. 100 acid. At this MC, oats were treated only with propionic acid, 1 : 1 A-P and 7 : 3 A-P. Only propionic acid and 1 : 1 A-P were effective, and only at 1.5 p. 100 acid. In general, bacterial populations in the treated grain reached higher levels than the fungal populations. Furthermore, some treatments were highly effective against the fungi but not against the bacteria, i.e. 0.5 p. 100 level of acetic, propionic and 1 :1 A-P in barley and 0.5 p. 100 level of 1 : 1 A-P and 1.0 p. 100 level of 7 : 3 A-P in feed wheat. However, these high bacterial counts were obtained within 2 months of the start of the experiment and counts taken after 5 months did not exceed 1×10^3 colonies/g of grain. These results could be due to a gradual moisture loss in the grain or to the fact that the acids require more time to exert their action when applied at low levels.

In grain at a MC of 25.0 p. 100 (fig. 2), all acids were effective at levels of 0.5 p. 100, 1.0 p. 100 and 1.25 p. 100 acid, in wheat triticale and barley, with the exception that

acetic acid was not effective at these levels in triticale. In oats, all the acids were ineffective at the level of 0.5 p. 100 acid. Propionic acid, 1 : 1 A-P and 7 : 3 A-P at the two higher levels of acid, were also less effective against bacteria in oats than in the other grains.

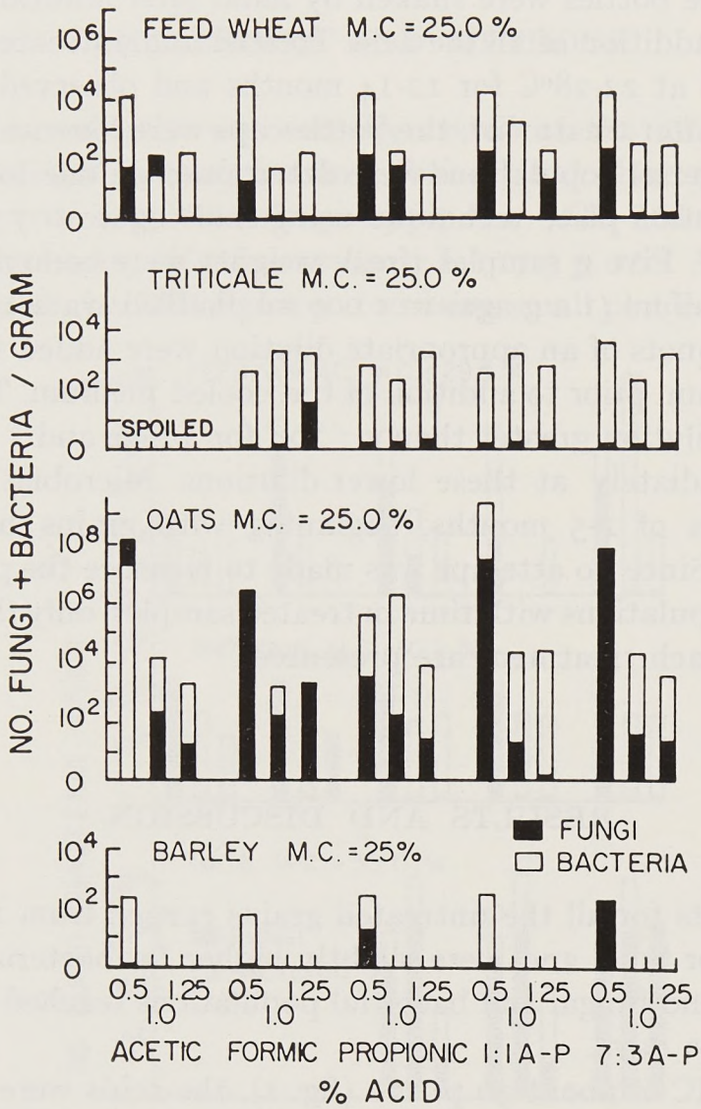


FIG. 2. — *Development of fungi and bacteria in acid-treated grains at a moisture content* (MC) *of about 25 p. 100. Values are the highest counts obtained during a storage period of 12-14 months*

At a MC of about 20 p. 100 (fig. 3), all acids were effective at levels of 0.25, 0.5 and 1.0 p. 100 for wheat. For triticale, acetic acid was ineffective at all three levels of acid and the other acids were ineffective at levels of 0.25 p. 100 acid and only slightly effective at the 0.5 and 1.0 p. 100 levels of acid. For oats, all the acids were effective at 1.0 p. 100 level of acid only, with the exception of 7 : 3 A-P which was also effective at 0.5 p. 100 acid.

In comparing the effectiveness of the acid treatments on each cereal at the three MC, it became apparent that the results with triticale differed somewhat from those of the other cereals (fig. 4). With the exception of acetic acid, no mold counts were obtained in triticale at a MC of 25.0 and 30.2 p. 100 for grain treated at levels of 0.5 and 1.0 p. 100 acid and 1.0 p. 100 acid respectively whereas, at both levels of acid, counts ranging from about 2.5×10^5 were obtained in grain at a MC of 19.6 p. 100. Thus, it would appear that in this cereal the fungal microflora present on the grain at the higher MC is more sensitive to the acids than that at the lowest

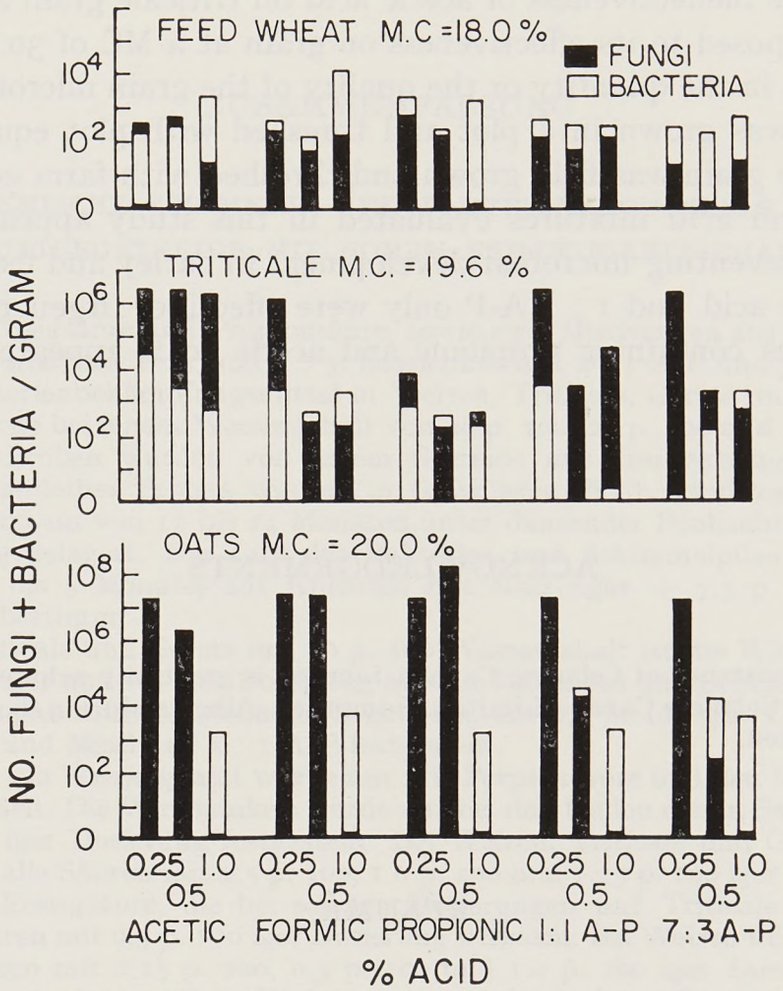


FIG. 3. — *Development of fungi and bacteria in acid-treated grains at moisture content* (MC) *of about 20 p. 100*
Values are the highest counts obtained during a storage period of 12-14 months

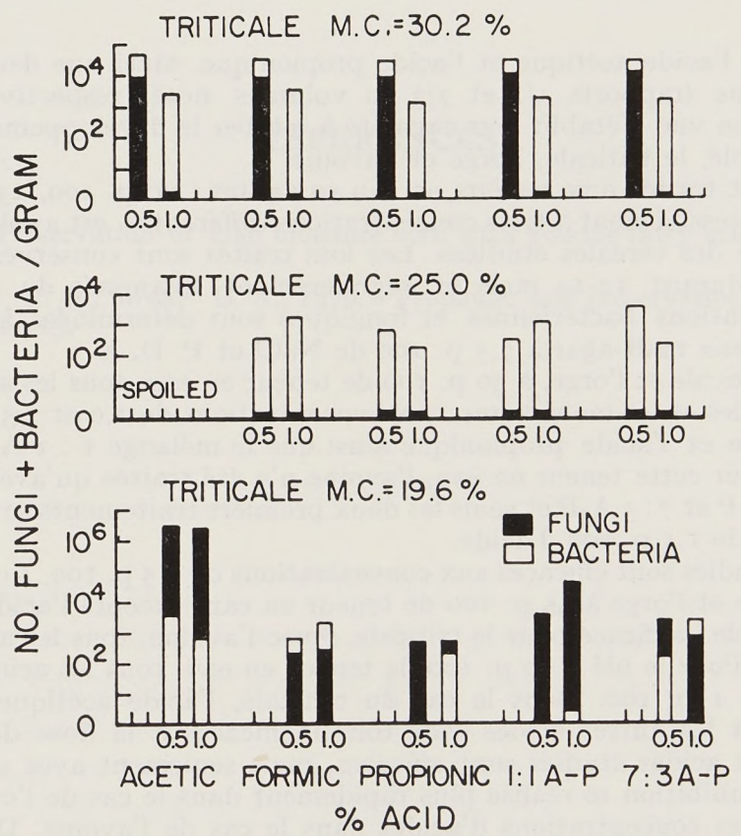


FIG. 4. — *Development of fungi and bacteria in acid-treated triticale grain at a moisture content* (MC) *of 30.2 p. 100, 25.0 p. 100 and 19.6 p. 100.*
Values are the highest counts obtained during a storage period of 12-14 months.

MC. The complete ineffectiveness of acetic acid on triticale grain at MC of 25.0 and 19.6 p. 100 as opposed to its effectiveness on grain at a MC of 30.2 p. 100 could be due to differences in the quantity or the quality of the grain microflora. In the latter case, the grain was grown in a plot and threshed with plot equipment, whereas, in the former, the grain was field grown and threshed with farm equipment.

The acids and acid mixtures evaluated in this study appeared to be equally satisfactory in preventing microbial development in barley and feed wheat whereas, in oats, propionic acid and 1 : 1 A-P only were effective. In general, propionic acid and acid mixtures containing propionic and acetic acids appeared to be the most effective.

ACKNOWLEDGEMENTS

The financial assistance of Celanese Canada Limited is greatfully acknowledged. The advice of Dr L. Trevoy, of Celanese Canada Limited, Edmonton, Alberta, during the course of this study, was much appreciated.

RÉSUMÉ

CONTRÔLE PAR DES AGENTS CHIMIQUES DES MOISISSURES ET DES BACTÉRIES DANS LES CÉRÉALES ALIMENTAIRES STOCKÉES A HAUTE TENEUR EN EAU

L'acide formique, l'acide acétique et l'acide propionique, ainsi que deux mélanges d'acides acétique et propionique (rapports 1/1 et 7/3 en volumes, notés respectivement 1 : 1 A-P et 7 : 3 A-P, sont testés en vue d'établir leur capacité à inhiber le développement des moisissures et des bactéries dans le blé, le triticale, l'orge et l'avoine.

Chaque céréale est traitée aux teneurs en eau suivantes : 20 p. 100, 25 p. 100 et 30 p. 100. Chacun des acides, successivement à trois concentrations différentes, est appliqué à 2 lots de 100 g de grains de chacune des céréales étudiées. Les lots traités sont conservés en flacons de verre bouchés, à 22-28°C durant 12-14 mois et régulièrement examinés du point de vue microbiologique. Les populations bactériennes et fongiques sont déterminées à intervalles réguliers (2-5 mois) sur les milieux malt-agar à 7,5 p. 100 de NaCl et P. D. A.

Pour le blé, le triticale et l'orge, à 30 p. 100 de teneur en eau, tous les acides se révèlent efficaces contre les bactéries et les moisissures, aux concentrations de 1,0 et 1,5 p. 100 d'acide. Pour l'orge, l'acide acétique et l'acide propionique ainsi que le mélange 1 : 1 A-P sont efficaces à la dose de 0,5 p. 100. Pour cette teneur en eau, l'avoine n'a été traitée qu'avec l'acide propionique et les mélanges 1 : 1 A-P et 7 : 3 A-P et seuls les deux premiers traitements se montrent efficaces et uniquement à la dose de 1,5 p. 100 d'acide.

Tous les acides étudiés sont efficaces aux concentrations de 0,5 p. 100, 1,0 p. 100 et 1,25 p. 100 avec le blé, le triticale et l'orge à 25 p. 100 de teneur en eau, excepté l'acide acétique qui, à ces concentrations, se révèle inefficace pour le triticale. Avec l'avoine, tous les acides sont efficaces à la dose de 0,5 p. 100. Pour le blé à 20 p. 100 de teneur en eau, tous les acides sont efficaces aux doses de 0,25 - 0,5 et 1 p. 100. Dans le cas du triticale, l'acide acétique est inefficace à ces trois concentrations et les autres acides sont tous inefficaces à la dose de 0,25 p. 100 d'acide. Pour l'avoine, tous les acides étudiés sont efficaces, mais seulement avec une concentration de 1,0 p. 100 d'acide. L'inhibition se réalise plus rapidement dans le cas de l'orge, et n'est obtenue que pour les plus fortes concentrations d'acides dans le cas de l'avoine. D'une façon générale, l'acide propionique et le mélange 1 : 1 A-P donnent les meilleurs résultats.

ZUSAMMENFASSUNG

CHEMISCHE SCHIMMEL- UND BAKTERIENKONTROLLE IN FUTTERGETREIDE MIT HOHEM FEUCHTIGKEITGEHALT

Ameisensäure, Essigsäure und Propionsäure, sowie zwei Mischungen aus Essig- und Propionsäure (im Volumenverhältnis 1 : 1 und 7 : 3, bezeichnet mit 1 : 1 A-P und 7 : 3 A-P) wurden als Schimmel- und Bakterienbekämpfungsmittel in Weizen, Triticale, Gerste und Hafer untersucht. Jede Getreideart wurde bei einem Wassergehalt von 20 p. 100, 25 p. 100 und 30 p. 100 hebandelt. Jeweils zwei 100 g-Proben wurden von jedem Getreide mit drei verschiedenen Säuregraden behandelt. Die behandelten Proben wurden in Glasröhren dicht verschlossen und bei 22 bis 28°C über einen Zeitraum von 12 bis 14 Monaten unter dauernder Beobachtung der mikrobiologischen Entwicklung gelagert. Die Zahl der Bakterien und Schimmelpilze wurde in regelmässigen Abständen (2 bis 5 Monate) auf Kulturen mit Malz-Agar + 7,5 p. 100 NaCl und Kartoffeldextrose-Agar bestimmt.

Bei Weizen, Triticale und Gerste mit 30 p. 100 Wassergehalt ist die Wirksamkeit aller Säurearten mit 1 p. 100 iger und 1,5 iger Dosierung auf alle Bakterien und Schimmelpilze erfolgreich. Bei Gerste werden sogar zufriedenstellende Ergebnisse mit 0,5 p. 100 iger Dosierung von Essigsäure, Propionsäure und Mischung 1 : 1 A-P festgestellt.

Hafer mit 30 p. 100 Wassergehalt wurde nur mit Porpionsäure und den Mischungen 1 : 1 A-P und 7 : 3 A-P behandelt. Die Wirksamkeit wurde nur bei den beiden ersten Behandlungen und nur bei einer 1,5 p. 100 iger Dosierung festgestellt. Bei Weizen, Triticale und Gerste mit 25 p. 100 Wassergehalt waren alle Säuren mit 0,5 p. 100, 1,0 p. 100 und 1,25 p. 100 iger Dosierung wirksam, mit Ausnahme der Eessigsäure, die bei solchen Dosierungen auf Triticale unwirksam ist. Bei Hafer waren alle Säuren mit 0,5 p. 100 iger Dosierung wirksam. Bei Weizen mit 20 p. 100 Wassergehalt sind alle Säuren mit 0,25 p. 100, 0,5 p. 100 und 1,0 p. 100 iger Dosierung wirksam. Bei Triticale ist Essigsäure mit denselben Dosierungen und die anderen Säuren mit 0,25 p. 100 iger Dosierung unwirksam. Bei Hafer sind alle Säuren mit 1,0 p. 100 iger Dosierung wirksam.

Die Wirksamkeit ist schneller bei Gerste als bei Hafer, wo die Dosierung höher sein muss. Im Allgemeinen sind Propionsäure und Mischung 1 : 1 A-P wirksamer als Mischung 7 : 3 A-P.

REFERENCES

Jones G. M., 1970. Preservation of high moisture corn with volatile fatty acids. *Can. J. anim. Sci.*, **50**, 739-741.

Young L. G., Brown R. G., Sharp B. A., 1970. Propionic acid preservation of corn for pigs. *Can. J. anim. Sci.*, **50**, 711-715.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (4), 595-603.

SOME EXPERIMENTS ON THE TREATMENT OF DAMP MAIZE WITH PROPIONIC ACID

N. J. BURRELL, Zofia KOZAKIEWICZ, D. M. ARMITAGE and J. H. CLARKE

Pest Infestation Control Laboratory, MAFF,
London Road,
Slough, Bucks (England)

SUMMARY

The preservation of wet maize by admixture of propionic acid is now a recognised method of storing this commodity in the United Kingdom and provides one method of overcoming the restriction imposed by drying such a wet commodity during the harvest. However, after treatment, condensation and handling problems may arise and in addition occasional failures may occur. This paper summarises and compares the results of several laboratory, pilot and large-scale tests carried out on wet maize treated with propionic acid. The results of these tests indicate the causes of occasional failures in laboratory and large-scale treatments of the maize with propionic acid and identifies the dominant fungi. The results provide the necessary background information for planning current large-scale methods of storage, of which preliminary results are given, and which it is hoped will overcome the present disadvantage of storing maize in such a wet condition.

I. — INTRODUCTION

At present, very little maize is grown in England and to encourage wider production we have tried to develop an in-bin drying method for those farmers who wish to grow maize but who are unwilling to invest capital in a continuous drier. One method of preserving wet grain without drying is to add a weak biocide such as propionic acid, but our early experiments with wet maize at up to 40 p. 100 moisture led us to conclude that condensation, and microbial deterioration resulting from condensation, might sometimes damage such a wet commodity. We decided, therefore, to treat the wet maize with the smallest possible quantity of propionic acid

which, we hoped, would prevent fungal activity for 6-8 weeks, during which time we intended to dry the grain in a ventilated bin.

In an early test, with a 10 tonne bin of barley at 19 p. 100 moisture content to which was added 0.7 p. 100 of propionic acid, we ventilated intermittently for 275 hours at 17 m^3 air/hr/tonne of grain and brought the mean moisture content down to 16.9 p. 100. The propionic acid content was then 0.58 p. 100 and, as we considered this to be a small loss, we thought it was worth trying the same process with maize but using higher rates of airflow.

To determine whether or not the method was likely to be successful, we devised experiments to find : A. — if propionic acid treatment alone was satisfactory for the storage of wet maize ; B. — if fungal growth could spread into maize treated with propionic acid ; C. — the rates of loss of propionic acid and moisture during ventilation ; D. — the smallest possible dosage of propionic acid for short term preservation ; E. — if failed treatments were more likely to occur on a large scale than in laboratory experiments ; F. — if ventilation was successful in larger-scale tests.

II. — METHODS

The general methods used are briefly described in this section but the experiments are described separately.

A. — *Mycological methods*

Samples were stored at — 21°C until investigated as below.

a) *Moist chambers.*

When the grains were heavily covered with mycelium, they were transferred aseptically to sterile, moist chambers held at room temperatures in order to induce sporulation of the fungi.

b) *Dilution plating.*

When mycelium was not obvious or when heating had occurred, dilution plating was carried out instead. A representative 10 g sample of maize was comminuted for 5 mn in a sterile suspending medium. From successive tenfold dilutions of the initial suspension, 1 ml aliquots were pipetted into sterile Petri dishes and mixed with the medium.

c) *Isolation media and incubation temperatures.*

1. MPS. 2 p. 100 malt extract agar with 20 international units (i. u.) of penicillin and 40 i. u. streptomycin per ml was used at 25° and 37°C.

2. ML. Malt extract agar with lactic acid was used at 25°C.

3. PSPS. Potato-sucrose agar with penicillin and streptomycin as above, was used at 25°C.

4. YSS. Yeast-starch agar with 30 i. u. streptomycin was used at 50°C.

B. — *Propionic acid analysis*

This was carried out on 15 g samples by a distillation/titration technique. The results are given as a percentage of the wet weight except where otherwise indicated.

C. — *Moisture contents*

These were determined gravimetrically by drying the coarsely-ground sample at 113°C for 4 hours in a ventilated oven. Results are given as percentage of wet weight unless otherwise indicated.

III. — EXPERIMENTAL

A. — *Large-scale observations*

Temperature measurements made in a 40 tonne galvanised-steel farm bin containing maize at 36 p. 100 moisture content and treated with 1.4 p. 100 of propionic acid, showed that the maize cooled after treatment. On emptying the bin 3 months later, however, a few pockets of pink-moulded grain, up to about 0.3 m diameter were found. Analysis showed the propionic acid content of these areas to be about 0.1 p. 100 but it is not known whether this fungal growth had resulted from, or caused, the low propionic acid content. In another steel bin, containing 0.5 tonnes of the same treated maize, the grain against the metal sides was badly damaged by condensation and microbial attack after 6 months.

The profuse growth of pink mycelium on some of the grains was identified by both the moist chamber technique and dilution plating to be a virtually pure culture of *Fusarium culmorum* (tabl. 1, section 1). It should be noted that strains of this fungus can produce the mycotoxin, zearalenone.

B. — *Fungi in treated maize*

A series of ventilated glass tubes (30 cm long × 4 cm diameter) containing layers of wet maize were set up at 36 p. 100 moisture content and treated with 1.0 and 1.5 p. 100 of propionic acid. These layers, 8 cm thick, were placed between layers of untreated maize at the same moisture content, but were separated from them by a nylon net (fig. 1). Eight tubes were kept at 9°C and eight were at 15°C. In some tubes, we found that a pinkish-white mycelium in the untreated maize began to penetrate into the treated maize within 2 weeks at 15°C. In 4 weeks, fungal growth had penetrated considerably into the areas initially treated with 1 p. 100 acid ; however, the mycelium was not allowed time to grow through the treated area completely, and its margin was sharply demarcated as if growing against a physical barrier (fig. 1). By the moist chamber technique, *Fusarium culmorum* and *Trichoderma ? viride* were found to have colonised the grain treated with 1 p. 100 acid. After 2-3 months, however, *T. ? viride* became the dominant fungus in areas treated initially with 1.0 and 1.5 p. 100 acid.

TABLE I

Fungi present in or near areas of caked maize stored in farm and experimental bins

Sample appearance		Approximate temperature (C°)	Approximate (p. 100) propionic acid		Fungal counts (colonies/g)				Species
			Initial	Final	PSPS 25°C	MPS 25°C	MPS 37°C	YSS 50°C	
Section I (Farm bin)									
	Caked	6-17	1.4	0.1	6×10^6	4×10^6	—	0	*Fusarium culmorum* (SMITH) SACC.
					3×10^3	3×10^3	—	0	Others
Section II (Experimental bins)									
Bin 3	Caked	48	1.3	*	—	—	3.7×10^7	3.0×10^7	*Aspergillus fumigatus* FRES.
							1.8×10^7	5×10^6	*Absidia corymbifera* (COHN) SACC. et TROTTER
Bin 5	Caked	40	1.3	*	—	—	4×10^2	—	*A. corymbifera* (COHN) SACC. et TROTTER
							1×10^2	—	*A. fumigatus* FRES.
Section III (Farm bin)									
C 6	Non-mouldy	51	2.4	2.4	—	3.8×10^2	0	0	*Penicillium* spp. only
C 1	Caked	58	2.4	*	—	7.5×10^5	2.1×10^6	5.5×10^6	*Absidia ramosa* (LINDT) LENDNER
B	Caked	Very hot	2.4	*	—	∞	∞	0	*Trichoderma ? viride*
						V	V	0	*Aspergillus fumigatus* FRES.
						V	0	0	*Fusarium culmorum* (SMITH) SACC.
						0	0	3×10^2	*Absidia ramosa* (LINDT) LENDNER

∞ : Too numerous for accurate count ; V : Present but not possible to estimate numbers ; 0 : Fungus absent ; — : Medium not used ; * : Not determined as many previous determinations showed mouldy grain to contain a negligible (< 0.1 p. 100) amount of propionic acid.

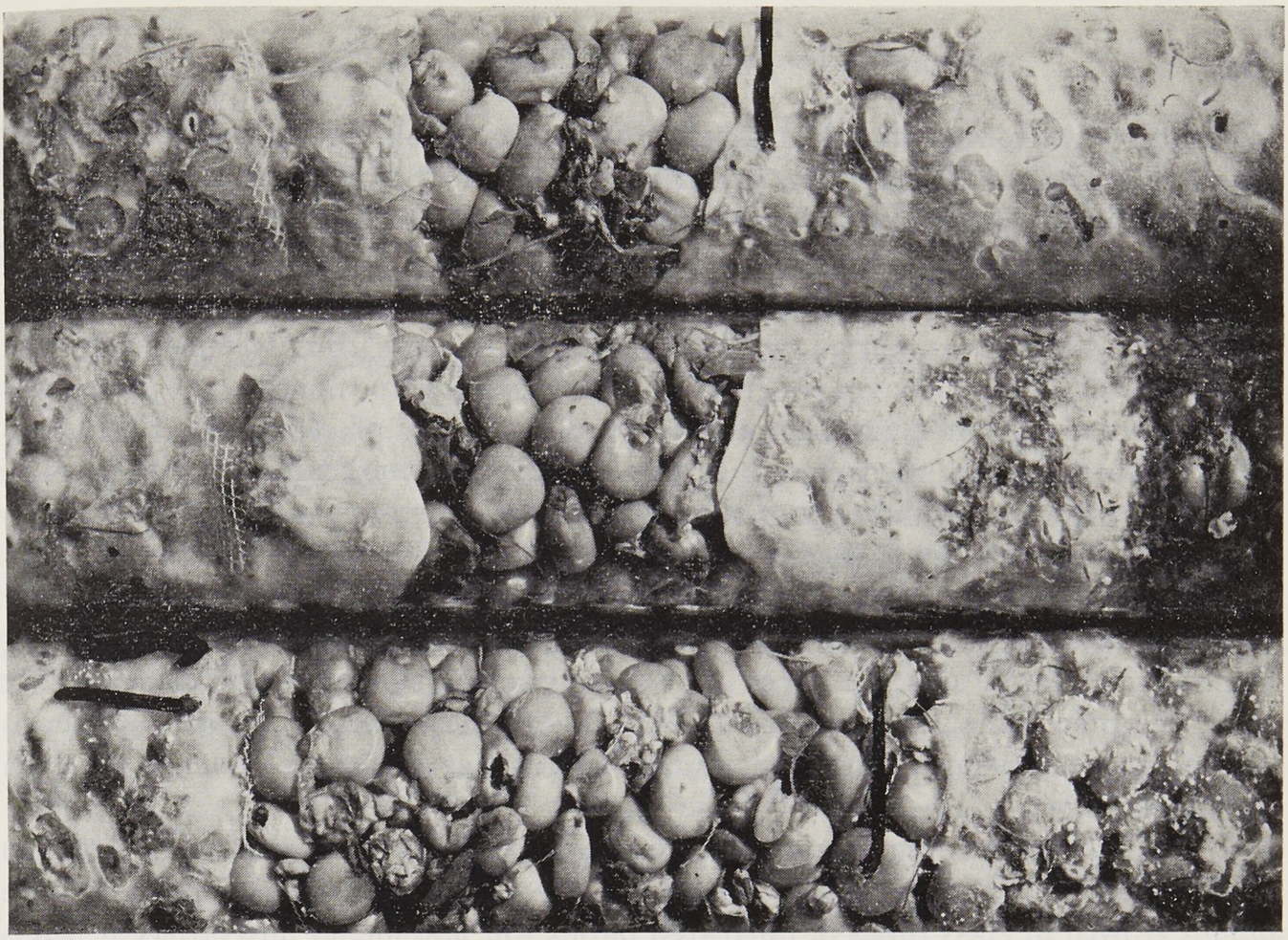


FIG. 1. — *Growth of fungal mycelia from freshly-harvested damp maize at 36 p. 100 moisture into damp maize initially treated with propionic acid*

Similar results were obtained at treatment levels of 1.0-1.5 and 2.5 p. 100. The treated (centre) and untreated layers were separated by a nylon net which can be seen embedded in the mycelium which forms a smooth plug as it progresses through the treated grain. Failure to penetrate the treated area in the lower tube was found to be due to partial airtight storage due to blockage of the ventilation aperture.

TABLE 2

Propionic acid content of mouldy and non-mouldy maize on final sampling

Tube	Initial treatment p. 100	Storage temperature (°C)	Untreated grain A	Treated but mouldy B	Treated non-mouldy C	Treated but mouldy D	Untreated non-mouldy E
1	1.0	15	—	0.27	0.36	0.0	—
2	1.0	15	Used for mycological examination				
3	1.5	15	—	0.0	0.71	0.05	—
4	1.5	15	—	0.0	0.81	—	0.39
5	1.0	15	0.0	0.03	0.36	0.03	—
6	1.5	15	—	0.0	0.46	0.04	—
7	1.0	15	—	0.12 (1)	0.34	0.0	—
8	1.5	15	—	0.0	0.56	0.0	—
9	1.0	9	—	0.0	0.27	0.04	—
10	1.0	9	—	—	0.43	0.14	—
11	1.5	9	—	0.27	0.49	0.03	—
12	1.5	9	—	0.23	0.55	0.27 (1)	—
13-16	Used for mycological examination						

(1) The mould growth in these 2 samples was less heavy than elsewhere, *i. e.* there was a limited amount of protection.

After 3-4 months, fungi had penetrated into 21 out of 22 layers of treated grain. In 20 samples initially treated with propionic acid, but later attacked by fungal growth, the acid level had fallen to 0.0-0.27 p. 100 (tabl. 2). These data strongly suggest that micro-organisms were actively metabolising the acid although the losses in the non-mouldy grain were probably due to diffusion.

A similar test was carried out 3 months after harvest using wet maize kept at — 21°C until required. Layers of grain treated with 2.5 p. 100 of acid were placed between layers of untreated grain in half of the replicates, and placed outside the untreated layers in the rest of the tubes. The tubes were kept at 5° and 15°C. After 7 weeks, mycelium was again found to be invading the treated areas, even at 5°C. The predominant fungus was found, by the moist chamber method, to be a species of *Piptocephalis*, a genus that is an obligate parasite of fungi, especially the Mucorales. After 20 weeks storage, in samples kept at 15°C, a white mycelium was found invading the central treated area. In tubes at 5°C, only a small invasion had occurred. At 15°C, the predominant fungus was *Trichoderma* species, possibly *T. viride*, whereas at the lower temperature the predominant fungus was *Fusarium avenaceum* (Corda ex Fr.) Sacc.

The invasion of damp maize treated with propionic acid was unexpected as we had found in earlier tests, with barley at 21 p. 100 moisture content, that the mould growth in glass tubes of untreated barley did not spread into adjacent layers of treated grain ; in fact, we found that diffusion of propionic acid through the untreated grain gave a protection against fungal growth to a distance of 4 cm outside the treated layers.

C. — *Loss of propionic acid from treated maize during ventilation*

During tests aimed at finding the rate of loss of propionic acid from maize kept in shallow layers, we found that, according to the conditions of the test, the losses varied from 37 to 76 p. 100 of the initial acid dose. The results of ventilating a treated

TABLE 3

Changes in moisture and propionic acid content (p. 100 of dry weight) *initially at 30 p. 100 and 1.4 p. 100 respectively in a column of maize 1.6 m high ventilated for 6 weeks*

Time (weeks)	Depth of sample (cm)											
	0-1 cm		30 cm		60 cm		90 cm		120 cm		150 cm	
	MC	Acid	MC	Acid	MC	Acid	MC	Acid	MC	Acid	MC	Acid
1	41.6	1.16	41.6	1.16	42.2	1.48	39.6	1.05	38.2	1.02	19.0	0.38
2	34.4	1.28	36.4	1.22	35.7	1.18	27.8	0.71	16.0	0.41	14.3	0.39
3	35.1	0.77	28.3	0.72	27.3	0.71	19.0	0.41	14.2	0.42	14.4	0.33
4	Grain compacted		33.9	0.70	16.4	0.38	14.5	0.38	14.0	0.45	13.4	0.43
5	Grain compacted		19.7	0.44	15.6	0.39	15.0	0.40	15.1	0.41	15.2	0.42

column of wet maize 1,6 m high, at ambient temperatures, are given in table 3. The table demonstrates that the majority of propionic acid was lost whilst the maize was above about 20 p. 100 moisture content, but once the moisture fell below this, little further loss of propionic acid occurred.

D. — *Laboratory treatment of maize using minimal quantities of propionic acid*

Samples of freshly-harvested maize at 38.5 p. 100 moisture content were treated with propionic acid at dosages of 0.3-0.5-0.7-0.9-1.1-1.3 and 1.5 p. 100 and were stored at temperatures of 0°, 5°, 9°, 15°, 20°, 25° and 30°C in groups of 4 replicates in glass test tubes of 15 cm × 2 cm diameter. The tubes were closed with polythene flaps 0.14 mm thick held in place by elastic bands. Previous tests had shown that these closures limited loss of moisture content but permitted adequate exchange of carbon dioxide and oxygen.

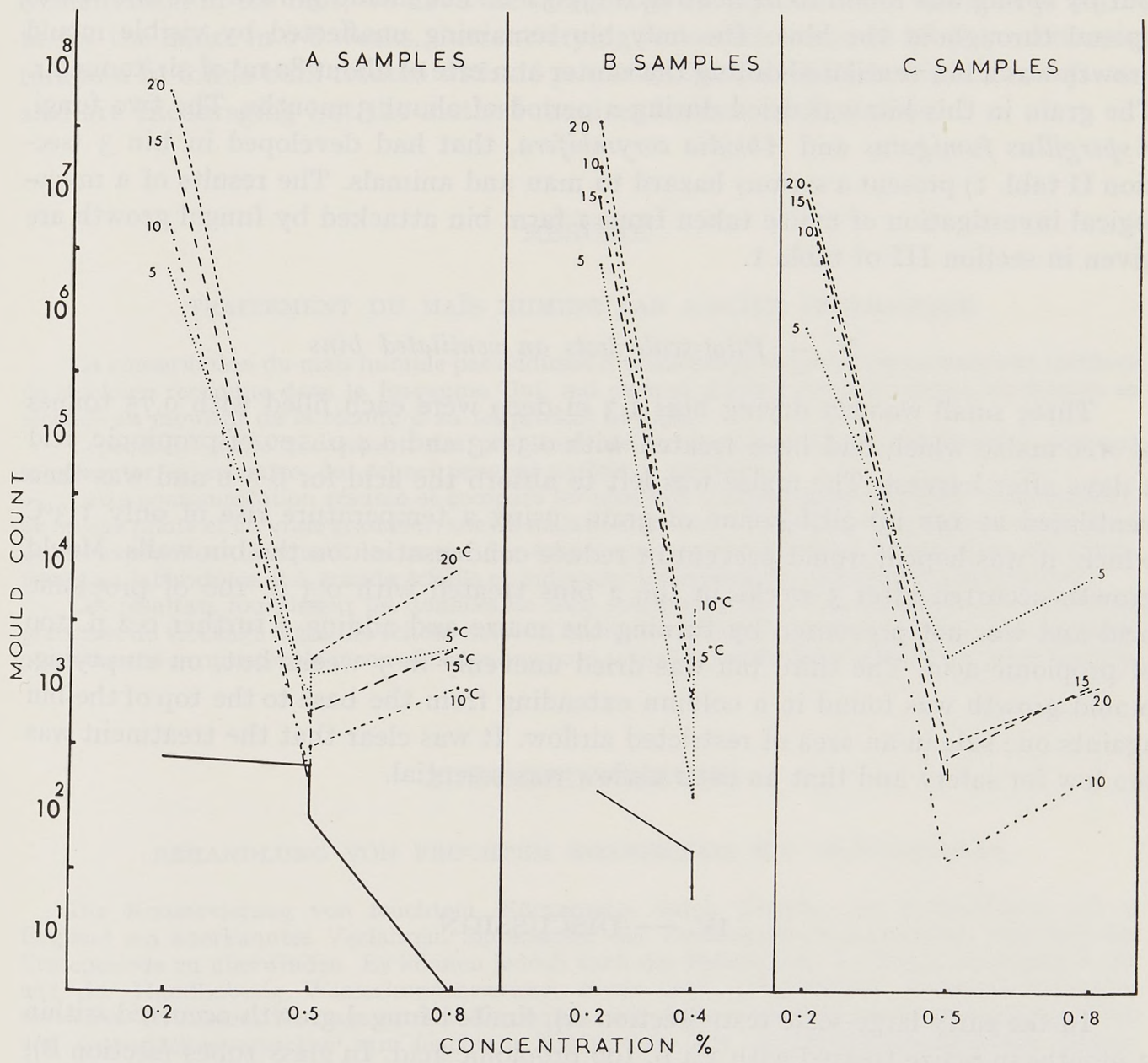


FIG. 2. — *Total viable mould counts per g on dampened maize at 30 p. 100 moisture content, treated with various dosages of propionic acid and stored at temperatures of 5 to 20°C for over 8 weeks*

Solid line = initial counts. Medium used was ML at 25°C

Only 3 out of 196 samples became visibly mouldy during a storage period of 13 months. The affected samples had been treated with 0.3 p. 100 of propionic acid and were stored at 20° and 25°C. These failures occurred during the first 2-6 weeks storage.

A variation of the test using dried maize dampened to about 30 p. 100 moisture content showed less encouraging results, but 0.4-0.5 p. 100 of propionic acid was generally effective in limiting the numbers of fungi produced (fig. 2).

E. — *Tests in experimental bins*

Maize at 37-29 p. 100 moisture content was treated with 1.3 p. 100 of propionic acid and stored in 6 small bins containing 0.15-0.3 m^3 of maize. These bins were constructed of various materials, some of metal, but others were selected to reduce condensation. The maize appeared to store satisfactorily during the winter months, but by spring was found to be heating to 37-52°C. The mould growth was allowed to spread throughout the bins. The only bin remaining unaffected by visible mould growth was a bin ventilated during the winter at a rate of about 80 m^3 of air/tonne/hr. The grain in this bin was dried during a period of about 3 months. The two fungi, *Aspergillus fumigatus* and *Absidia corymbifera*, that had developed in bin 3 (section II tabl. 1) present a serious hazard to man and animals. The results of a mycological investigation of maize taken from a farm bin attacked by fungal growth are given in section III of table 1.

F. — *Pilot-scale tests on ventilated bins*

Three small wooden drying bins 1.3 m deep were each filled with 0,75 tonnes of wet maize which had been treated with 0.3-0.3 and 0.4 p. 100 of propionic acid 2 days after harvest. The maize was left to absorb the acid for 6-9 h and was then ventilated at 120 m^3 air/h/tonne of grain, using a temperature rise of only 1-3°C which, it was hoped, would prevent or reduce condensation on the bin walls. Mould growth occurred after 3 weeks in the 2 bins treated with 0.3 p. 100 of propionic acid and was not prevented by turning the maize and adding a further 0.2 p. 100 of propionic acid. The third bin was dried unevenly in 7 weeks but, on emptying, mould growth was found in a column extending from the base to the top of the bin againts one side in an area of restricted airflow. It was clear that the treatment was too low for safety and that an even airflow was essential.

IV. — DISCUSSION

In the early large-scale tests (section A), limited fungal growth occurred within 3 months in maize treated with 1.4 p. 100 propionic acid. In glass tubes (section B), it was shown conclusively that fungi in untreated maize will soon invade maize treated with high dosages of propionic acid (2.5 p. 100) and that the acid is removed, presumably by microbial activity. The likelihood and extent of damage increased

with time and fungal growth became widespread throughout small bins of maize (section E) treated with 1.3 p. 100 acid after 7 months except in a ventilated bin. In another test, however (section F), a bin of ventilated maize containing 0.4 p. 100 acid remained mainly free from fungal growth. In laboratory tests (section D), 0.4 p. 100 and 0.5 p. 100 treatments were sufficient to prevent fungal growth.

The tests indicated that mould growth could be initiated by condensation on the inner surfaces of the container in contact with the grain. Therefore, it was important, during drying in bins, to restrict condensation.

These tests, amongst others, indicated that we might be successful in drying wet maize in bins up to 2 m in depth at about 180 m^3 air/h/tonne if we first treat the maize with over 0.5 p. 100 of acid, immediately after harvest, and then leave the grain for about 1 day to absorb the acid before starting ventilation. To provide a safety margin, however, and to avoid possible costly losses, larger dosages of propionic acid than 0.5 p. 100 will be used in our tests. To reduce fuel costs and to limit condensation in the bins, we have used unheated air (apart from a fan heat of 1-3°C) to dry the maize in 6-8 weeks. Current drying tests with maize at 48-50 p. 100 moisture in a 12 tonne bulk treated with 1.6 p. 100 acid and a 2.5 tonne bin with 0.6 p. 100 acid are encouraging but the method requires further confirmation.

RÉSUMÉ

TRAITEMENT DU MAÏS HUMIDE PAR L'ACIDE PROPIONIQUE

La conservation du maïs humide par addition d'acide propionique est désormais une méthode de stockage reconnue dans le Royaume Uni, qui permet d'éviter les contraintes inhérentes au séchage au moment de la récolte d'un tel produit humide.

Cependant, après traitement, des problèmes de condensation et de manutention peuvent se présenter et, en outre, des échecs peuvent parfois se produire.

Cette communication résume et compare les résultats d'expériences réalisées au laboratoire, au niveau pilote et en vraie grandeur, sur du maïs humide traité à l'acide propionique. Les résultats de ces expériences indiquent les causes des échecs qui peuvent survenir parfois dans les traitements au laboratoire et à grande échelle et indiquent les espèces de moisissures dominantes.

Ces résultats fournissent les données de base indispensables à l'établissement de méthodes pratiques de stockage à grande échelle dont on donne les résultats préliminaires et qui devraient permettre de surmonter les inconvénients que pose actuellement la conservation du maïs humide.

ZUSAMMENFASSUNG

BEHANDLUNG VON FEUCHTEM KORNERMAIS MIT PROPIONSÄURE

Die Konservierung von feuchtem Körnermais durch Zugabe von Propionsäure ist in England ein anerkanntes Verfahren. Sie erlaubt, die Trocknungsschwierigkeiten während der Ernteperiode zu überwinden. Es können jedoch nach der Behandlung Probleme im Rahmen der und der Handhabung Wasserkondensierung, sowie auch gelegentliche Nebenerscheinungen auftreten. In diesem Beitrag werden Ergebnisse von Laborversuchen, von Versuchsbetrieben und Grossflächenversuchen mit feuchtem Körnermais mit Propionsäurebehandlung zusam. mengefasst und verglichen. Aus den Ergebnissen kann man die Gründe der gelegentlichen Fehler- die bei der Behandlung der Maiskörner mit Propionsäure im Labor und im grossen Umfang auftreten erkennen und die Hauptarten der vorhandenen Schimmelpilze ablesen. Die Ergebnisse liefern die nötigen Grundinformationen zur Entwicklung der Lagerungsverfahren grossen Umfanges und erlauben damit das Problem der Feuchtkornlagerung zu lösen.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (4), 605-614.

PRESERVATION OF HIGH MOISTURE GRAIN USING ORGANIC ACIDS

C. W. DEYOE, C. S. RAO et R. P. KNAKE

Kansas State University,
Shellenberger Hall,
Manhattan, Kansas, 66502 (U. S. A.)

SUMMARY

Studies have been conducted to evaluate effects of organic acids in the prevention of mold in high moisture grain. Materials that have been evaluated include propionic acid, acetic acid, sorbic acid, salts of propionic acid and mixtures of these with other acids. These studies have demonstrated that grain at 20-30 p. 100 moisture can be maintained in good condition for periods of six to eight months under proper conditions.

Storage studies using a mixture of organic acids at 0.5 p. 100 with grain sorghum and maize (corn) have shown good control of *A. flavus*, *A. glaucus*, *A. ochraceus*, *A. niger*, *Penicillium* and *Mucor* over periods of eight months.

Studies using treated grain in complete feeds have resulted in performance similar to control (dry) grain and have shown improved mold control under stress conditions of high temperature and humidity when compared to the control feed.

A recent development for handling high moisture grain in the United States involves use of organic acids, chiefly propionic and acetic acids (SIMON, 1970 ANON., 1971). Sorbic acid is routinely employed as a food preservative and is not harmful to dogs and rats even at a level of 5 p. 100. Its mode of action and the spectrum of microbes controlled by it have been studied (DEUEL and ALFIN-SLATER, 1954; MELNICK, LUCKMAN and GOODINGS, 1954; BENEKE and FABIAN, 1955; BOYD and TARR, 1955; MELNICK, VAHLETEICH and HACKETT, 1956). However, when applied to high moisture corn and sorghum adjusted to 18 and 24 p. 100 moisture content, it was reported to have no beneficial effect even at a concentration of 1.0 p. 100 (SIMON, 1970). Out aim was to investigate the effectiveness of sorbic acid and other organic acid grain preservatives.

MATERIALS AND METHODS

Yellow corn with an average moisture content of 15.0 p. 100 was purchased from a local elevator. The moisture content was raised to 25 p. 100 by addition of water and conditioning in a horizontal tumbling mixer for six hours. The material was then allowed to equilibrate for 18 hours prior to chemical treatment. Each treatment was carried out in duplicate. Two kg of reconstituted high moisture grain was spread on a plastic sheet to form a layer approximately 1 cm thick. The test chemical mixed with a suitable carrier (ethanol in the case of sorbic acid and water in the case of other organic acids) was sprayed on the grain using a atomizer. Total spray volume was 5 p. 100 by weight of the grain. Samples were taken from each treatment for pH measurement and for studies in a humidity chamber. The remaining grain was transferred to metal containers lined with plastic bags. A beaker containing water was placed at the top of the grain. Thermocouples with a length approximately equal to the depth of the grain were inserted through the plastic with the sensor in the center of the grain in each container. The containers were stored for the first six days at approximately 22°C and were then transferred to warehouse conditions at ambient temperatures. The experiments were conducted from june to august of 1971. Temperature of the atmosphere and grain were recorded once daily for a period of 30 days for all samples except those where the grain mass became heavily molded in the first few days.

A portion of each treatment (approximately 100 g in glass beakers) was stored at 100 p. 100 R.H. in partially aerated chambers. They were observed regularly for the presence of visible mold.

At the end of the 30 days period, samples were taken to estimate percent of grains invaded by various fungi and germination capability of treated, apparently nonmoldy grain.

Three sets of experiments were run consecutively following the same procedure with modifications as follows. Grain used for sorbic acid treatment with ethanol as a carrier had an extra 5 p. 100 water added to equalize it with the 5 p. 100 water added to all other treatments. In all samples, the moisture content at the end of conditioning and treatment varied between 26-28 p. 100.

Propionic acid and acetic acid used were of analytical reagent grade (Mallinckrodt Chemicals). Sorbic acid was from Tanower Inc., San Diego, California 92117. Grain Treet R, a mixture of organic acids (GT), was a product of Kemin Industries, Des Moines, Iowa. Temperature of the grain was monitored using telethermometer equipment (Yellow Spring Instrument Co., Inc.). Moisture content was determined by the method of HART *et al.* and the pH was estimated by soaking 25 g of grain in 50 ml of distilled water of known pH for 30 minutes and then measuring the pH of the supernatant using a Leeds and Northrup Model pH meter. Germination was estimated by placing 100 kernels between wet towels, wrapped with aluminum foil and incubated at room temperature (25°C). Seeds sprouting on or before the eighth day were considered germinated. Fungi were evaluated as follows : the kernels were washed in 2 p. 100 sodium hypochlorite for one minute, rinsed with sterile distilled water, placed on malt salt agar (4 p. 100 sodium chloride) with Tergitol (200 p.p.m.), for six days at room temperature. The mold species were identified and expressed as

percentage of grains infected. The daily temperature variations of grain were plotted as the difference between the ambient temperature and temperature of the grain mass to remove differences arising from variations in environmental temperature.

A separate study on a larger basis involved the treatment of approximately 4,000 kg of grain sorghum having a moisture content of 22 p. 100 with the preservative GT at a level of 0.5 p. 100, approximately 4,000 kg with a moisture of 18 p. 100 at a level of 0.4 p. 100 and approximately 11,000 kg with a moisture of 18 p. 100 treated at 0.3 p. 100 GT. This grain was stored in wooden bins and sampled weekly during the first six weeks. It was also sampled at 9 and 16 weeks. Temperatures were recorded using thermocouples fixed in the grain. Viable mold spores were evaluated as stated previously. Following six months of storage grain stored with 0.5 p. 100 preservative was compared in a swine feeding study with dry grain. Diets used are given in table 1.

TABLE 1

Formula used to evaluate acid preserved grain

Ingredient	p. 100
Soybean meal	16.8
Sorghum grain	79.6
Dicalcium phosphate	1.7
Ground limestone	0.5
Salt	0.4
Premix (1)	1.0

(1) Premix contains per kg: Vitamin A 33,000 IU, Vitamin D_3 330, Vitamin B_{12} 11 micrograms, Riboflavin 8.8 mg, Pantothenic acid 17.6 mg, Niacin 26.4 mg, Choline chloride 88 mg, Mn 100 p.p.m., Fe 100 p.p.m., Cu 10 p.p.m., Co 1 p.p.m., Zn 100 p.p.m., I 3 p.p.m., and Tylosin 22 mg.

Complete feeds made with dry grain or treated grain were evaluated for their susceptibility to molding by placing samples in a controlled humidity cabinet (100 p. 100 R.H.) at 24°C.

RESULTS

Comparison of figures 1 and 2 indicates that propionic acid was more effective than acetic acid and calcium propionate. Figures 3, 4 and 5 show sorbic acid was an effective mold inhibitor for high moisture grain when dissolved in ethanol and applied to the grain. Sorbic acid at 0.1 p. 100 appeared as effective as 1.0 p. 100 propionic acid in heat inhibiting activity under the experimental conditions used and the time involved. Increasing the concentration of sorbic acid from 0.1 to 0.5 p. 100 did not result in major differences in heat inhibiting activity. Figures 6, 7 and 8 indicated GT had heat inhibiting activity. Increasing the level of GT from 0.6 p. 100 to 1.0 p. 100 indicated only slight differences during the 30 days observation period. GT applied at a rate of 0.6 p. 100 appeared as effective in this study as 1.0 p. 100 propionic acid as a heat inhibiting agent for high moisture corn. Figures 7 and 8 indicate GT was

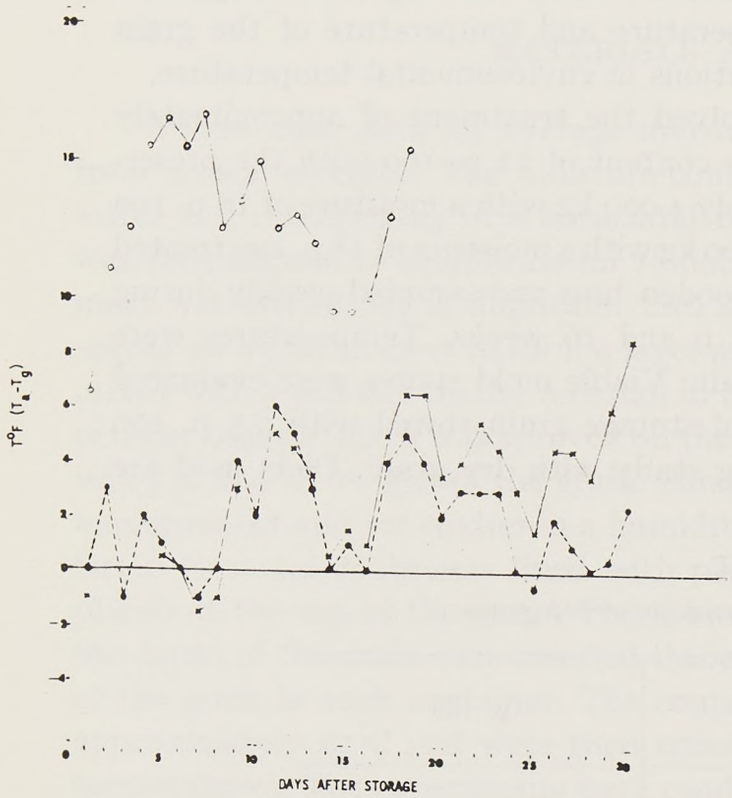


FIG. 1

—○—○— Control
---●---●--- Propionic acid 1.0 p. 100
—×—×— Acetic acid 1.0 p. 100

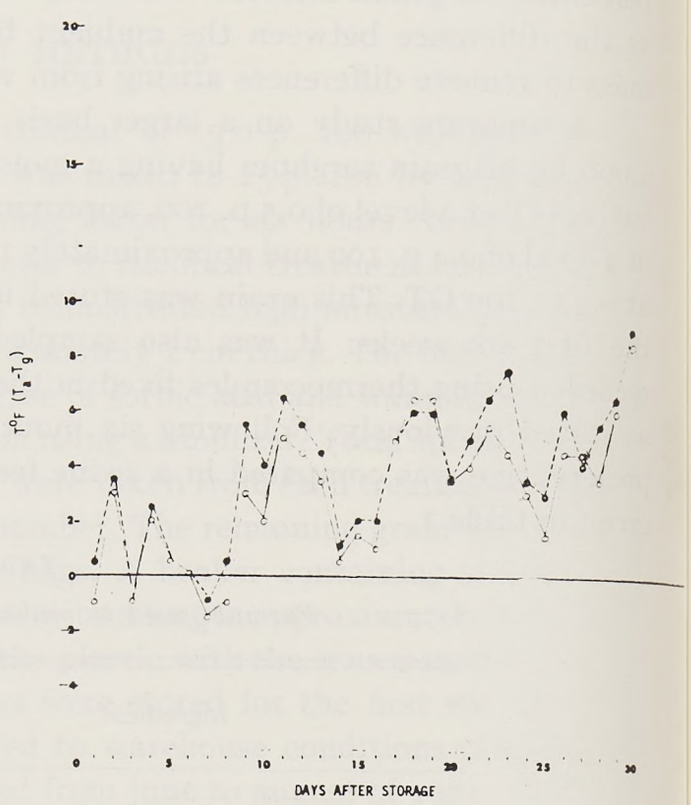


FIG. 2

—○—○— Acetic acid 1.0 p. 1000
---●---●--- Calcium propionate 1.0 p. 100

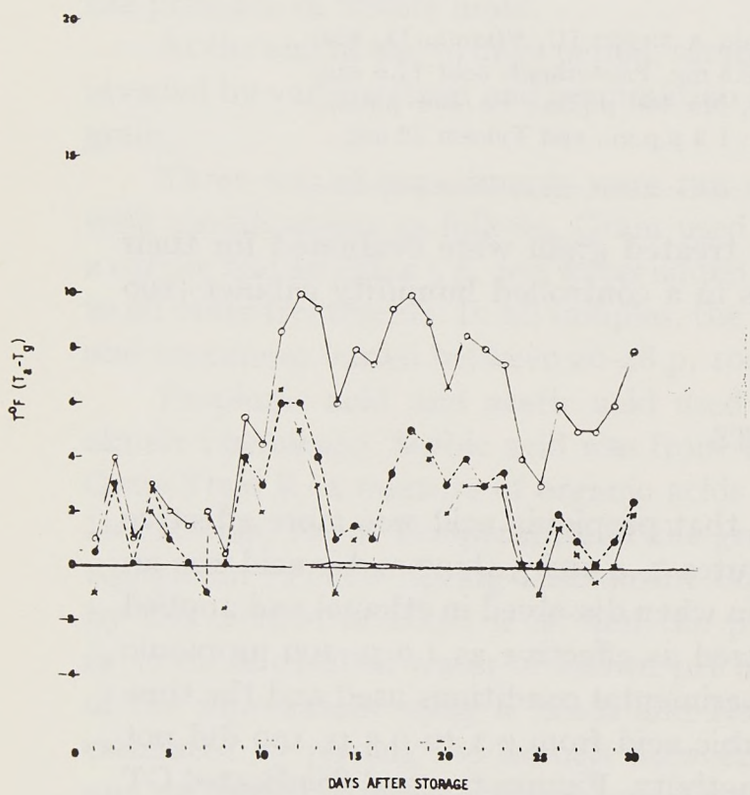


FIG. 3

—○—○— Ethanol 5.0 p. 100
---●---●--- Sorbic acid 0.1 p. 100
—×—×— Sorbic acid 0.5 p. 100

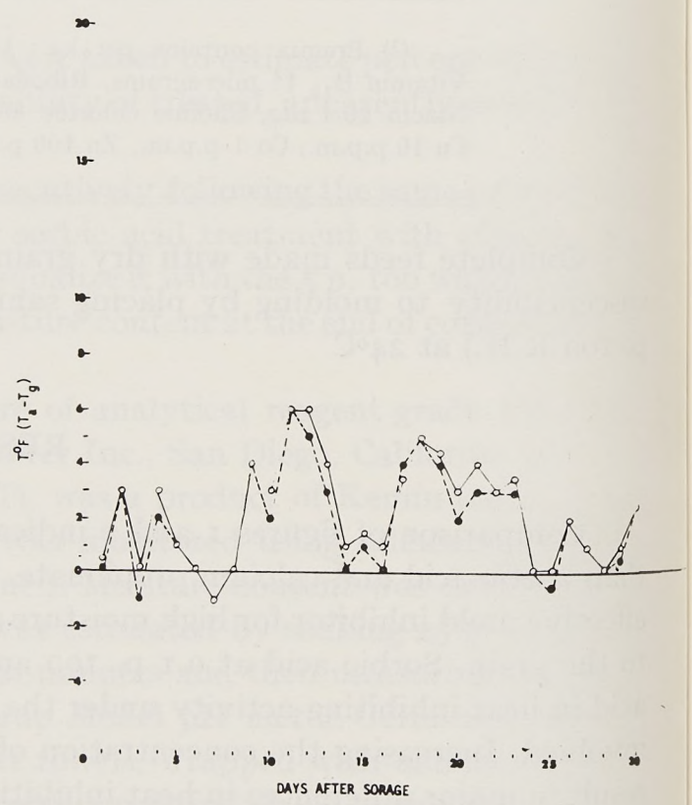


FIG. 4

—○—○— Sorbic acid
---●---●--- Propionic acid 1.0 p. 100

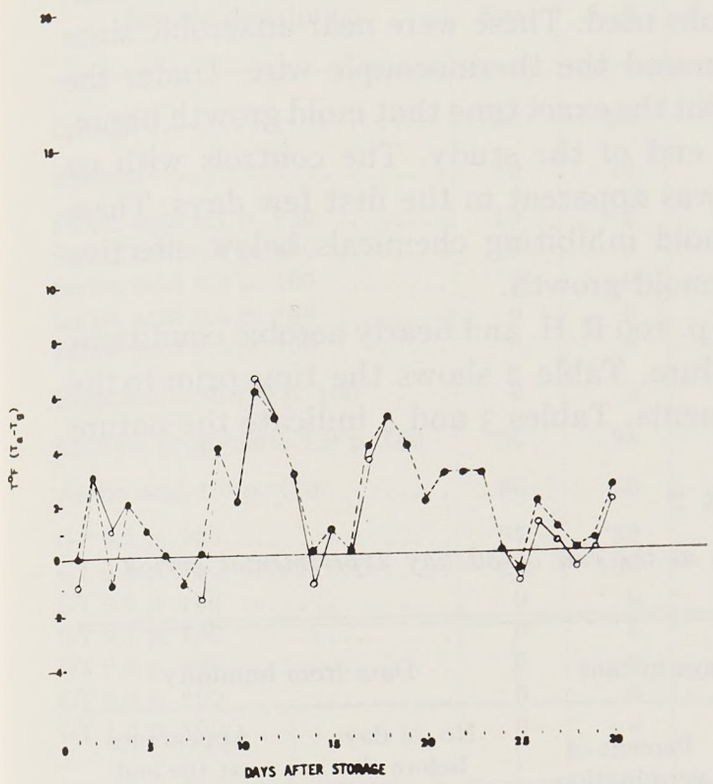


FIG. 5

—○—○— Sorbic acid 0.5 p. 100
---●---●--- Propionic acid 1.0 p. 100

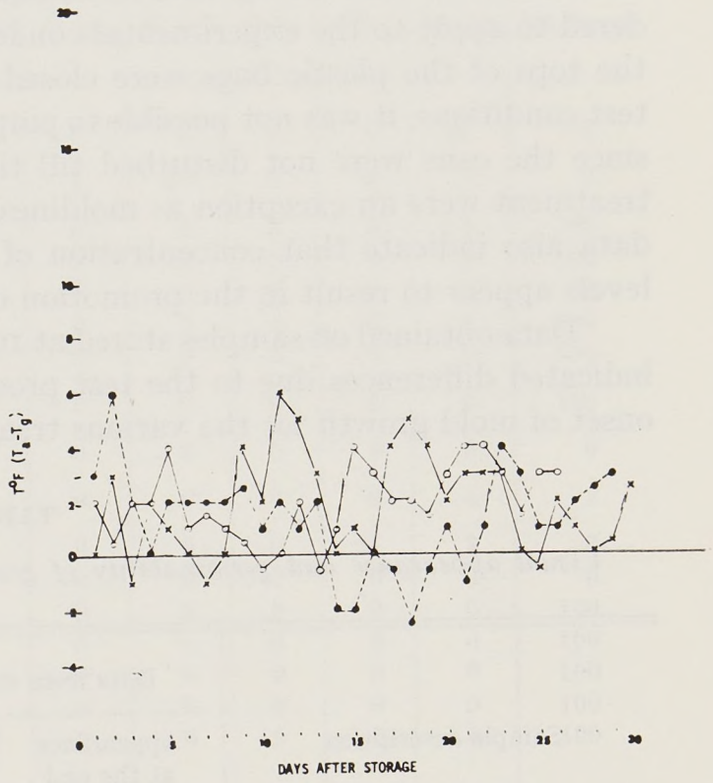


FIG. 6

—○—○— Grain treet 0.6 p. 100
---●---○--- Grain treet 1.0 p. 100
—×—×— Propionic acid 1.0 p. 100

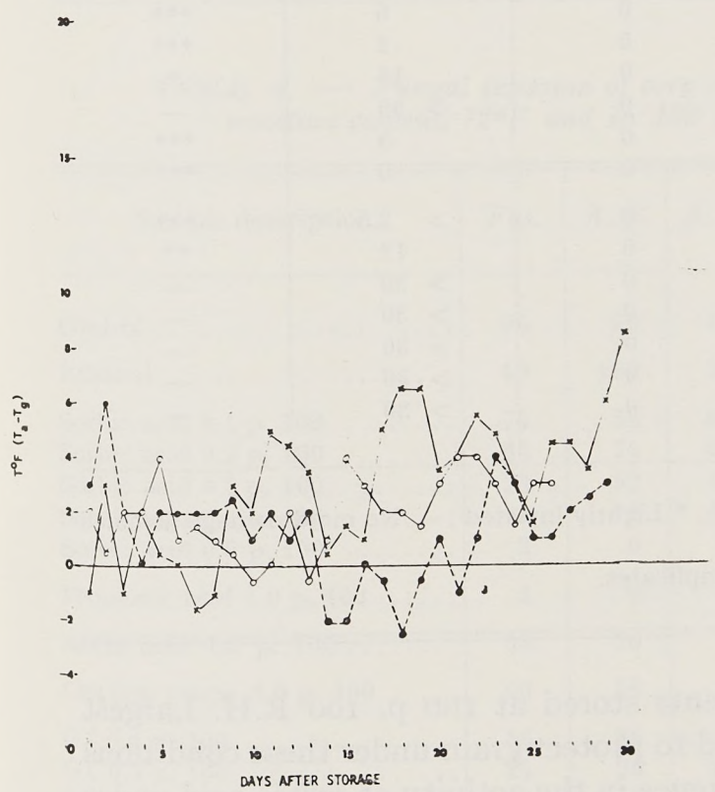


FIG. 7

—○—○— Grain treet 0.6 p. 100
---●---●--- Grain treet 1.0 p. 100
—×—×— Acetic acid 1.0 p. 100

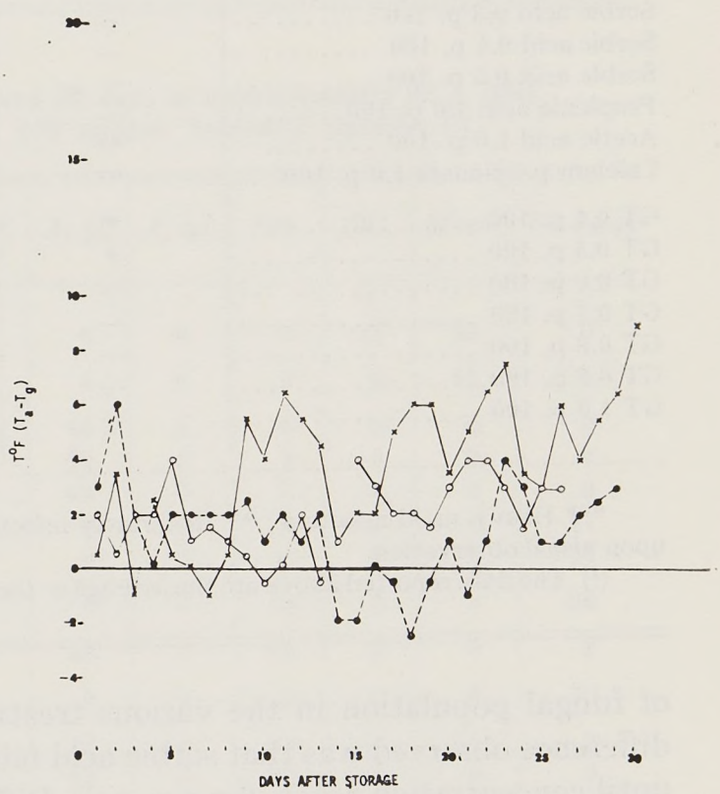


FIG. 8

—○—○— Grain treet 0.6 p. 100
---●---●--- Grain treet 1.0 p. 100
—×—×— Calcium propionate

more effective than acetic acid or calcium propionate. These results must be considered to apply to the experimental conditions used. These were near anaerobic since the tops of the plastic bags were closed around the thermocouple wire. Under the test conditions, it was not possible to pinpoint the exact time that mold growth began, since the cans were not disturbed till the end of the study. The controls with no treatment were an exception as moldiness was apparent in the first few days. These data also indicate that concentration of mold inhibiting chemicals below effective levels appear to result in the promotion of mold growth.

Data obtained on samples stored at 100 p. 100 R.H. and nearly aerobic conditions indicated differences due to the test procedure. Table 2 shows the time prior to the onset of mold growth for the various treatments. Tables 3 and 4 indicate the nature

TABLE 2

Visual appearance and germinability of grain at the end of 30 day experimental period

Sample description	Data from storage in cans		Data from humidity	
	Appearance at the end of 30 days [1]	Percent of germination	No. of days before the onset of mold	Appearance at the end of 30 days
Control	***	0	0	***
Ethanol	***	0	1	***
Sorbic acid 0.1 p. 100	—	0	1	***
Sorbic acid 0.2 p. 100	—	0	5	***
Sorbic acid 0.3 p. 100	—	0	6	***
Sorbic acid 0.4 p. 100	—	0	2	***
Sorbic acid 0.5 p. 100	—	0	18	*
Propionic acid 1.0 p. 100	—	0	> 30	—
Acetic acid 1.0 p. 100	**	0	5	***
Calcium propionate 1.0 p. 100	**	0	6	***
GT 0.1 p. 100	*	0	> 2.5	***
GT 0.5 p. 100	*	0	12	**
GT 0.6 p. 100	—	0	> 30	—
GT 0.7 p. 100	—	0	> 30	—
GT 0.8 p. 100	—	0	> 30	—
GT 0.9 p. 100	—	0	> 30	—
GT 1.0 p. 100	—	0	> 30	—

*** Heavy mold infection ; ** Moderately infected ; * Lightly infected ; — No mold damage detected upon visual observation.

[1] The data reported above are the average of the duplicates.

of fungal population in the various treatments stored at 100 p. 100 R.H. Largest difference observed was that sorbic acid failed to protect grain under these conditions until concentration reached 0.5 p. 100. Difference in the activity of sorbic acid under anaerobic and aerobic conditions may be due to metabolic compensation by mold in the presence of available oxygen.

Data on germination indicated that treatments effective in controlling mold resulted in loss of germination.

TABLE 3. — *Fungal invasion of corn stored 30 days at approximately 26 p. 100 moisture content and 80°F* (p. 100 of surface sterilized grains infected (1))

Sample description	*Fus.*	*A. fl.*	*A. ni.*	*A. gl.*	*A. ter.*	*Pen.*	*Rhi.*	*Mucor*	No fungi
Control	88	56	2	4	2	0	6	30	2
Ethanol	60	70	2	4	28	0	0	0	0
Sorbic acid 0.1 p. 100	10	2	0	0	0	0	0	0	90
Sorbic acid 0.2 p. 100	0	0	0	0	0	0	0	0	100
Sorbic acid 0.3 p. 100	2	0	0	0	0	0	0	0	98
Sorbic acid 0.4 p. 100	0	0	0	0	0	0	0	0	100
Sorbic acid 0.5 p. 100	0	0	0	0	0	0	0	0	100
Propionic acid 1.0 p. 100	0	0	0	0	0	0	0	0	100
Calcium propionate 1.0 p. 100	34	96	2	0	0	0	0	0	0
Acetic acid 1.0 p. 110	86	60	0	0	0	0	0	0	2
GT 0.1 p. 100	54	90	4	0	0	0	24	2	0
GT 0.5 p. 100	22	100	0	0	0	2	0	2	0
GT 0.6 p. 100	0	0	0	0	0	0	0	0	100
GT 0.7 p. 100	0	0	0	0	0	0	0	0	100
GT 0.8 p. 100	0	0	0	0	0	0	0	0	100
GT 0.9 p. 100	0	0	0	0	0	0	0	0	100
GT 1.0 p. 100	0	0	0	0	0	0	0	0	100

(1) The data given above refers to the samples obtained from grain stored in cans under anaerobic conditions. The values are the averages of the duplicates.

Fus. : *Fusarium*
A. gl. : *Aspergillus glaucus*
Rhi. : *Rhizopus*
A. fl. : *Aspergillus flavus*
A. ter. : *Aspergillus terreus*
A. ni. : *Aspergillus niger*
Pen. : *Penicillium*

TABLE 4. — *Fungal invasion of corn stored 30 days at approximately 26 p. 100 moisture content, 72°F and in 100 p. 100 relative humidity chamber* (1)

Sample description	*Fus.*	*A. fl.*	*A. ni.*	*A. gl.*	*A. ter.*	*Pen.*	*Rhi.*	*Mucor*	No fungi
Control	96	90	16	0	0	0	32	12	0
Ethanol	40	100	20	4	6	0	6	12	0
Sorbic acid 0.1 p. 100	74	56	20	10	0	0	0	0	0
Sorbic acid 0.2 p. 100	36	74	90	12	0	2	0	0	0
Sorbic acid 0.3 p. 100	26	52	48	48	0	6	0	0	0
Sorbic acid 0.4 p. 100	16	12	50	0	0	0	0	0	44
Sorbic acid 0.5 p. 100	2	0	2	0	0	0	0	0	96
Propionic acid 1.0 p. 100	2	0	0	0	0	0	0	0	98
Acetic acid 1.0 p. 100	58	10	0	38	0	10	0	0	8
Calcium propr. 1.0 p. 100	40	50	0	0	0	2	0	0	30
GT 0.1 p. 100	56	86	4	20	0	0	46	20	0
GT 0.5 p. 100	24	96	28	10	6	14	10	0	0
GT 0.6 p. 100	10	2	0	0	0	0	0	0	90
GT 0.7 p. 100	10	0	0	0	0	0	0	0	90
GT 0.8 p. 100	6	0	0	0	0	0	0	0	94
GT 0.9 p. 100	9	0	0	0	0	0	0	0	92
GT 1.0 p. 100	4	0	0	0	0	0	0	0	96

(1) The data reported here are from the samples of the grain stored in relative humidity chambers. Refer to table 3 for expansion of abbreviations.

TABLE 5

Viable molds of sorghum grain stored in wooden bins
(p. 100 of surface sterilized grains infected)

Week	*Alt.*	*Fus.*	*A. fl.*	*A. ni.*	*A. gl.*	*A. ter.*	*Pen.*	*Rhi.*	*Mucor*	Other	No Fungi	
1	88.1	1.82	3.97	2.25	3.07	—	—	—	—	—	7.10	0.3
	92.05	3.3	5.0	3.7	4.15	—	0.4	—	—	—	—	0.4
	90.4	2.9	—	0.4	1.25	—	—	—	—	—	3.3	0.5
2	68.7	0.865	0.825	1.22	4.32	—	—	—	—	—	26.45	0.3
	24.85	—	—	—	4.55	—	—	—	—	—	71.20	0.4
	57.45	5 8	—	2.05	—	—	—	3.75	0.8	—	33.20	0.5
3	43.52	4.12	3.10	0.2	3.92	—	—	0.6	—	0.8	48.52	0.3
	22.45	2.5	4.95	—	3.70	—	—	—	—	0.4	66.65	0.4
	22.05	7.45	7.05	0.4	3.3	—	1.65	—	0.8	1.65	58.30	0.5
4	45.57	—	2.05	0.2	5.80	—	—	—	0.2	1.02	47.67	0.3
	15.10	—	—	—	6.20	—	—	—	—	0.4	79.15	0.4
	39.95	—	—	—	2.85	—	—	—	—	5.40	51.35	0.5
5	28.4	—	4.32	0.2	2.07	—	—	—	—	0.2	71.85	0.3
	0.65	—	17.85	—	2.05	—	1.2	—	—	—	78.3	0.4
	2.05	0.4	—	—	0.4	—	—	—	—	—	96.9	0.5
6	39.35	—	0.8	0.4	2.87	—	—	—	—	1.0	55.82	0.3
	16.2	—	2.5	0.4	0.4	—	—	—	—	0.8	80.0	0.4
	19.55	—	0.4	—	0.8	—	—	—	0.4	—	67.90	0.5
9	25.4	0.2	1.02	1.65	6.42	—	0.2	0.6	—	0.2	65.45	0.3
	5.4	—	0.4	—	2.5	—	0.4	—	—	—	91.2	0.4
	19.15	—	0.8	—	2.45	—	—	—	—	—	77.45	0.5
16	23.55	9.16	1.5	0.65	3.8	0.65	0.32	—	—	—	62.95	0.3
	4.0	6.3	—	—	2.65	—	—	—	—	—	86.95	0.4
	12.95	5.3	—	—	1.3	—	—	—	—	—	78.65	0.5

TABLE 6

Performance of pigs fed high-moisture milo treated with organic acids
(Trial II)

	Dry (control)	GT
Number of pigs	18,	18
Initial weight, lbs.	106	103
Final weight, lbs.	201	197
Average daily gain, lbs.	1.69	1.68
Average daily feed, lbs.	5.74	5.66
Feed/gain	3.39	3.35

Sorbid acid was effective as a mold inhibitor when dissolved in ethanol. Thus, when applied in a suitable carrier, it should be an effective mold inhibitor alone or when combined with other mold inhibitors.

Data collected on viable mold on grain stored in wooden bins and treated with GT at 0.3 — 0.4 or 0.5 p. 100 are given in table 5.

The data collected at on the first week shows highest amounts of molds were *alternaria*. Grains also had viable spores of *Fusarium*, *Aspergillus flavus*, *Aspergillus niger* and *Aspergillus glaucus*. Some grains also were infected with *Penicillium*. Following the first week, the percentage of grains with no fungi increased with highest percentages with no viable fungi occuring in the examination periods of weeks 5, 6, 9 and 16. These results were supported by the good condition of the grain treated at 0.5 p. 100 when removed after seven months for use in the swine study.

The results of the swine study given in table 6 shows that on a dry basis performance of pigs fed treated grain was nearly identical to that of dry grains. Feed conversions were slightly better for the treated grains. Feeds made form treated grain did not mold as quickly in a humidity chamber (100 p. 100 R.H.) as did feed made with dry grain indicating that some preservative effects were carried over into the pelleted feeds.

RÉSUMÉ

CONSERVATION DES GRAINS DE HAUT DEGRÉ D'HUMIDITÉ AU MOYEN D'ACIDES ORGANIQUES

Des études ont été menées en vue d'évaluer les effets des acides organiques utilisés pour prévenir le développement des moisissures dans les grains très humides. L'étude a porté sur l'acide propionique, l'acide acétique, l'acide sorbique, les sels de l'acide propionique et des mélanges de ceux-ci avec d'autres acides. Ces études ont démontré que, dans des conditions favorables, un grain à 20-30 p 100 d'humidité peut être conservé en bon état pendant une durée de 6 à 8 mois.

Des études de stockage utilisant un mélange d'acides organiques, utilisés à la dose de 0,5 p.100 sur du sorgho-grain et du maïs, ont montré que le développement de *A. flavus*, *A. glaucus*, *A. ochraceus*, *A. niger*, *Penicillium* et *Mucor* était inhibé pendant une période de 8 mois.

Des essais réalisés sur des aliments composés contenant des grains traités ont montré que, par rapport aux aliments témoins contenant du grain sec, les résultats étaient similaires et qu'il y avait un meilleur contrôle des moisissures à des températures et des humidités anormalement élevées.

ZUSAMMENFASSUNG

KONSERVIERUNG VON GETREIDE MIT HOHEM FEUCHTIGKEITSGEHALT DURCH ORGANISCH SÄUREN

Die Wirkung von organischn Säuren zur Verhütung von Schimmelpilzbildung auf Getreide mit hohem Feuchtigkeitsgehalt wurde untersucht. Es wurden folgende Substanzen geprüft Propionsäure, Essigsäure, Sorbinsäure, Salze der Propionsäure allein oder Mischungen der letzten mit anderen Säuren. Die Untersuchungen zeigten dass Getreide mit einem Wassergehalt von 20 bis 30 p. 100 über einen Zeitraum von 6 bis 8 Monaten in gutem Zustand gelagert werden kann.

Lagerungsversuche von Körnserorghum und Mais mit organischen Säuren zeigten bei

einer Dosierung von 0,5 p. 100 eine gute kontrolle von *A. flavus, A. glaucus, A. ochraceus, A. niger, Penicillium* und *Mucor* über einen Zeitraum von 8 Monaten.

Versuche mit behandeltem Getreide in Mischfutter gaben dem Vergleichsmuster (mit trockenem Korn) ähnliche Resultate und zeigten bei extrem hohen Temperatur — und Feuchtigkeitsbedingungen eine bessere Kontrolle der Schimmelpilze.

REFERENCES

Anonymous, 1959. *Methods for determining moisture content as specified in the official grain standards of the U. S. USDA, AMS Service and Regulatory Announcements* No. 147. U. S. Dept. of Agriculture Agric. Marketing Service.

Anonymous, 1971. Sees increase in use of organic acids for damp grain preservation. *Feedstuffs.*, 60.

Boyd J. W., Tarr H. L. A., 1955. Inhibition of mold and yeast development in fish products. *Food Technol.*, **9**, 411.

Beneke E. S., Fabian F. W., 1955. Sorbic acid as a fungistatic agent at different pH levels for molds isolated from strawberries and tomatoes. *Food Technol.*, **9**, 486.

Deuel H. J., Alfin-Slater R., 1954. Sorbic acid as a fungistatic agent for foods. I. Harmlessness of sorbic acid as dietary component. *Food Res.*, **19**.

Melnick D., Luckman F. H., Gooding C. M., 1954. Sorbic acid as a fungistatic agent for foods. VI. Metabolic degradation of sorbic acid in cheese by molds and the mecanisms of mold inhibition. *Food Res.*, **19**, 44.

Melnick D., Vahleteich H. W., Hackett A., 1956. Sorbic acid as a fungistatic agent for foods. XI. Effectiveness of sorbic acid in protecting cakes. *Food Res.*, **21**, 133.

Simon J., 1970. *Chemical control of microorganisms in stored grain.* Doctoral dissertation, K. S. U. Library, Manhattan, Kansas.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (4), 615-619.

THE USE OF PROPIONIC ACID FOR MOIST GRAIN PRESERVATION IN BRITAIN

A. D. DRYSDALE

BP Chemicals International Limited,
Devonshire House, Piccadilly,
London W1X 6 AY (U. K.)

SUMMARY

Following trials started in 1965, propionic acid for use as a moist grain preservative was introduced into british agriculture in 1968. Since this date, its use has increased in an unwonted manner and more grain is now treated for animal feeding than in any other country.

The pattern of the growth of propionic acid in different regions will be discussed together with the types of crops and classes of livestock mainly involved.

Initially the use of acid was designed as a new storage system, but a number of advantages in feed efficiency of treated grain have been reported.

INTRODUCTION

The first farm trials using propionic acid as a moist grain preservative were made in Britain in 1965. In the period 1965-68, BP Chemicals followed these preliminary tests with an extensive research programme of laboratory tests, application techniques and storage comparisons (Bee, 1968 ; Huitson, 1968). Resulting from this work, Propcorn, essentially propionic acid, was introduced into british farming in 1968 and subsequently into North America, Australia and New Zealand as well as a number of european countries. This paper reports on the growth of the moist grain preservative system in the U. K. and some of the important factors involved in its practical use.

DISCUSSION

Results of laboratory studies of propionic acid as a crop preservative have shown conclusively that provided sufficient product is applied, any moisture content of crop can be treated. When stored in dry conditions, the treated crop can be

safely preserved almost indefinitely. More moist grain is treated with propionic acid in Britain than in any other country at this time, so far as can be established, and this is a factor of the significant proportion of grain retained on the farm of origin for livestock feed. Some 13 million tons of grain are grown in the U. K. of which 70 p. 100 is for livestock feed. This represents about 7-8 million tons sold for inclusion in manufactured livestock feed and 2-3 million tons which are retained on the farm.

Almost all the propionic acid applied to moist grain in the U. K. is on this grain retained on the farm whereas in other countries there is considerable use in manufactured feedstuffs.

The main grain areas in the south and east of the country largely grow barley and wheat, with maize making a very small contribution. In these areas, over half of the grain is naturally dry at harvest and, as a result, this area contributes most to grain for human and livestock manufactured feeds. The remaining areas vary from 80-85 p. 100 of the grain harvested above 15 p. 100 moisture (central and western areas) to 100 p. 100 harvested above 18 p. 100 moisture (northern area). It is in these wetter western and northern areas that the majority of livestock is found and here it is calculated that 45 p. 100 of farm-retained grain is now treated.

Of crops treated with acid, barley makes up 85 p. 100, oasts 10 p. 100 and wheat, maize, beans and mixed cereals 5 p. 100. Maize is grown for grain on only 2-3 000 ha, but current interest in this crop, following newer varieties suitable for cool conditions, make it of considerable importance as a potential crop for preservation. The moisture content of grain maize even in the south-eastern region is about 35 p. 100 in a normal year and averaged about 45 p. 100 in 1972. Artificial drying is very expensive under these conditions and the economics of storage of this maize for livestock feed favour use of propionic acid.

It is estimated that there have been over 25,000 separate treatments made with propionic acid on farms in the U. K. There has been a slow but progressive increase in the number of farms using this system since its introduction in 1968. Reasons for this slow acceptance are suggested as : (*a*) the complexity of a new system involving a new application technique in addition to a new product ; (*b*) the high cost of a machine which has only one function ; (*c*) the system being more applicable to the smaller, less-mechanised, livestock farmer and (*d*) the absence of moisture meters, which are essential for correct treatment, on the smaller grain farms.

The development of applicators presents an interesting story. The initial development took place in the U. K. where at least 7 different models have been available. Later developments have produced at least 10 applicators in different countries in Europe. Basically these can be divided into a number of types :

— Hopper type : a complete unit with collection hopper, acid treatment and built-in auger operation with a 200 litre drum of acid ;

— Detachable sprayhead : no hopper or auger but a treatment unit with a sprayhead which can be attached to an existing auger on the farm, again operating from a 200 litre drum ;

— Gravity feed : a simple, non-electric unit using a 20 litre container feeding by gravity to a sprayhead as above.

About 75 p. 100 of the applicators in use are of the sprayhead type. The intro-

duction of the low-cost gravity machine after two years accelerated the acceptance of the acid preservation system. This has not been without problems however since there have been a number of homemade applicator systems and these invariably cause errors in treatment. Another feature is that the gravity-feed unit uses the 20 litre container which is a small, lightweight pack, convenient to handle on the farm (particularly the smaller family farm) and it can be easily disposed of.

There are about 13 million cattle and 8 million pigs consuming a total of 11 million tons of grain in Britain of which the greater proportion is fed as manufactured feedstuffs (poultry have not been included in these figures since they are almost entirely fed on manufactured feed).

Of the treated grain retained on the farm for stock, over 85 p. 100 is fed to cattle with the remaining 15 p. 100 being largely fed to pigs, but also including horses, sheep and poultry. There are no precise figures for dairy compared with beef-cattle usage but one estimate puts the ratio at 60/40.

Traditionally, cattle have been fed a proportion of their daily requirement as grain either hammer-milled or rolled depending on the practice in their area. Most british farmers would consider grain above 22 p. 100 moisture as suitable for rolling but not hammer-milling and the introduction of moist grain has therefore favoured feeding systems using rolled grain. These are the cattle but not the pig or poultry systems.

A large number of trials involving dairy and beef cattle were made before propionic acid was introduced (BP Chemicals, 1968). A summary of this work showed no harmful effects on the production or health of livestock and, in fact, some small advantages were reported. Commercially however no direct, feed-additive effect of Propcorn has been claimed in Britain although in a discussion of this aspect it was estimated that the feed value of propionic acid was 4.93 kcal digestible energy/g and that as a result this contributed an extra energy allowance (Livingstone *et al.*, 1971). This is confirmed by work in Canada where increased gains in dairy cattle, heifers and pigs of up to 11 p. 100 were reported as a direct effect of the propionic acid content of treated grain (Jones, Donefer and Elliot, 1970). Obviously the intake of treated grain and its moisture content affect the total intake of propionic acid and there is need for further study to learn at what level of intake significant effects can be observed in different classes of livestock.

Recent research work, comparing dry hammer-milled barley at 14 p. 100 moisture and moist acid-treated rolled barley at 24 p. 100 moisture for pigs (Livingstone *et al.*, 1971), reported similar liveweight gains and feed-conversion ratios. Both treatments were superior to moist ensiled grain. In another investigation of rolled barley for bacon pigs, acid-treated moist grain at 18.0 and 21.5 p. 100 moisture contents gave significantly better growth rates and efficiencies of conversion than barley at 14.2 p. 100 moisture (Lawrence, 1971). In a review of work on cereal particle size and the incidence of ulceration of the stomach and activity of *Escherichia coli* in pigs, it was shown that the finer the grinding the greater was the frequency of disease. It was concluded that as a result of this work there appeared to be a *prima facia* case for rolling barley for the growing pig (Lawrence, 1972). It is predicted from these trails that the proportion of moist, acid-treated grain fed to pigs will increase in the future.

CONCLUSION

Propionic acid has established itself as a significant part in grain storage systems. The adaptation of the system to farms has been relatively slow partly because of complexity arising from the necessity to purchase an applicator as well as the product. Farm-retained grain has been the main outlet of propionic acid treatment. Included in this is grain which is sold from farm to farm as treated, moist grain. This is a new trade since movement and storage of moist grain was not possible before the introduction of propionic acid but since it is very palatable and well-liked by stock this trade is likely to increase.

Expansion of farm-mixed feeding stuffs has taken place in recent years and the storage life of processed, acid-treated grain has been of considerable advantage.

Greater use is made of preservation of manufactured feeds with propionic acid in other countries and this is an area that is likely to expand in the UK.

It may be sometime before sales of acid-treated grain become accepted between countries but its simple storage, freedom from mould toxins, acceptability to stock, better processing characteristics and nutritional value make this form of moist grain a significant new product as well as a new field of study for the research worker.

RÉSUMÉ

UTILISATION DE L'ACIDE PROPIONIQUE POUR LA CONSERVATION DE CÉRÉALES HUMIDES EN GRANDE-BRETAGNE

A la suite d'essais commencés en 1965, on a introduit en 1968, dans l'agriculture britannique, l'usage de l'acide propionique pour la conservation du grain humide. Depuis, son usage s'est accru d'une façon extraordinaire et on traite maintenant par ce procédé, en Grande-Bretagne, davantage de céréales pour l'alimentation animale que dans n'importe quel autre pays.

On discute de l'extension de l'emploi de l'acide propionique dans différentes régions, compte tenu des types de récoltes et des différents animaux concernés.

Au début, l'usage de cet acide était considéré comme un nouveau système de conservation, mais certains avantages concernant l'efficacité alimentaire du grain traité ont depuis été signalés.

ZUSAMMENFASSUNG

VERWENDUNG VON PROPIONSÄURE FUR LAGERUNG VON FEUCHTEM GETREIDE IN GROSS-BRITANNIEN

Propionsäüre wurde nach ersten Versuchen im Jahre 1965, 1968 als Konservierungsmittel für feuchtes Getreide in die englische Landwirtschaft eingeführt. Seit der Zeit hat die Verwendung ganz erheblich zugenommen und man behandelt in England mehr Getreide für Tiernährung auf diese Weise als in jedem anderen Land.

Die zunehmende Anwendung von Propionsäure in verschiedenen Anbaugebieten wird im Zusammenhang mit der Getreideart und den betroffenen Tieren diskutiert.

Ursprünglich wurde der Gebrauch von Säure als eine neue Lagerungsmöglichkeit betrachtet, inzwischen wurde aber von Vorteilen der behandelten Körner in bezug auf die Wirksamkeit in der Ernährung berichtet.

REFERENCES

Bee R., 1968. Chemical conservation. *Agriculture, London.*, **75**, 114-118.

BP Chemicals, 1968. *Feeding trials — Propcorn treated moist barley 1965-68*, 9 p.

Huitson J. J., 1968. Cereals preservation with propionic acid. *Process Biochem.*, **3**, 31-32.

Jones G. M., Donefer E., Elliot J. I., 1970. Feeding value for dairy cattle and pigs of high moisture corn preserved with propionic acid. *Canad. J. anim. Sci.*, **50**, 483-489.

Lawrence T. L. J., 1971. Rolled barley for the bacon pig. Some effects on performance of grain moisture content and feeding method. *J. Sci. Food Agric.*, **22**, 407-411.

Lawrence T. L. J., 1972. Cereal processing and digestion. *Tech. Publ. U. S. Feed Grains Council*, 77-105.

Livingstone R. M., Denerley H., Stewart C. S., Elsley F. W. H., 1971. Moist barley for growing pigs. Some effects of storage method and processing. *Anim. Prod.*, **13**, 547-556.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (4), 621-629.

PRESERVATION OF MOIST FEED GRAIN BY TREATMENT WITH ORGANIC ACIDS

N. EKSTRÖM

Swedish Institute of Agricultural Engineering,
Ultuna 75007, Uppsala 7 (Suède)

SUMMARY

The Swedish Institute of Agricultural Engineering (S. I. A. E.) has carried out experiments into the treatment of moist fodder grain with organic acids. The experiments were conducted in the laboratory and under farm conditions. The acids used were formic acid, acetic acid, propionic acid and a mixture of formic acid and formaldehyde. The experimental results were used as the basis for the recommended doses of formic acid and propionic acid. These recommendations may later be modified for different types of grain.

The S. I. A. E. has also carried out some simple experiments into the effect of stoppages in the acid application and into alternative application techniques. The treatment with propionic acid was found to have a good effect on wild oats, *Avena fatua*. It was found possible to break down grain with high moisture contents in a crusher or a steel plate mill.

Feeding experiments carried out by the Department of Animal Husbandry of the Agricultural College in cooperation with the S. I. A. E. have shown that acid-treated grain is almost as good as normal dried ground grain when it is fed to growing pigs. When given to small baby-beef, the grain treated with formic acid or propionic acid is somewhat better than dried ground grain. Finally, the method was found to need lower investment requirements than any of the other methods of preservation. However, the cost of the acid causes the total cost of the treatment to be approximately as large as the cost of drying in simple grain driers.

The principle of this method is that the moist grain is covered by a thin layer of an organic acid which prevents the development of the micro-organisms always present on the surface of the grain. In practice, the acid is applied to the grain by special equipment, usually when the grain is transported into the storage (fig. 1). The grain can then be stored in open bins or even on the floor of the storage. However, the germination ability is destroyed and for that and other reasons the grain can only be used as fodder.

The method of preserving feed grain by treatment with organic acids was developed in areas where the harvest conditions differ from those found in Sweden.

Table 1 shows that the moisture content of the grain at harvest is often very high in large areas of Sweden. However, in these areas, the outside temperature during the autumn is often fairly low and the result is that the grain is not as easily damaged as in other areas with warmer harvest weather. In 1969, the Swedish Institute of Agricultural Engineering (S. I. A. E.) started an investigation into the suitability of the new preservation method under swedish conditions.

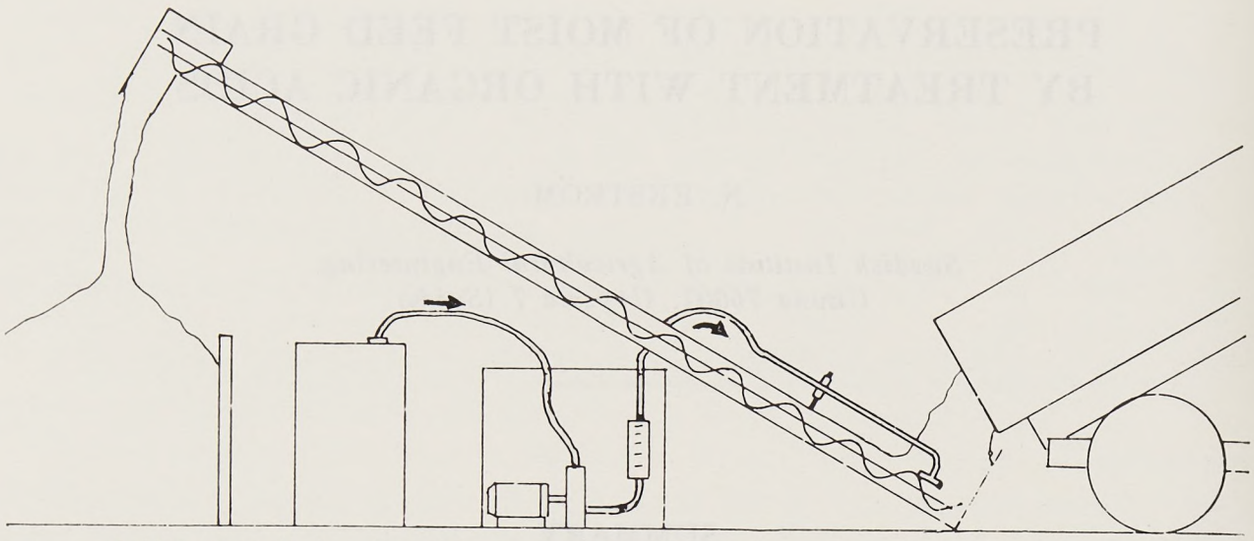


FIG. 1. — *Acid treatment of grain with an applicator consisting among other things of an electric pump and a flow meter. The grain is sprayed with acid in the delivery pit*

TABLE I

Common moisture contents

	p. 100
Southernmost Sweden	18-20
Other good parts of South Sw. ..... Best parts of Middle Sw.	20-22
Remaining parts of South Sw. ..... Other good parts of Middle Sw.	22-25
Remaining parts of Middle Sw. ..... North Sweden	25-40

EXPERIMENTAL

The investigation was carried out in the laboratory and under practical farm conditions. As propionic acid is fairly expensive, cheaper acids were also studied, *i. e.* formic acid, acetic acid and a mixture of formic acid and formaldehyde. The preliminary laboratory experiments also included studies of the influence that the

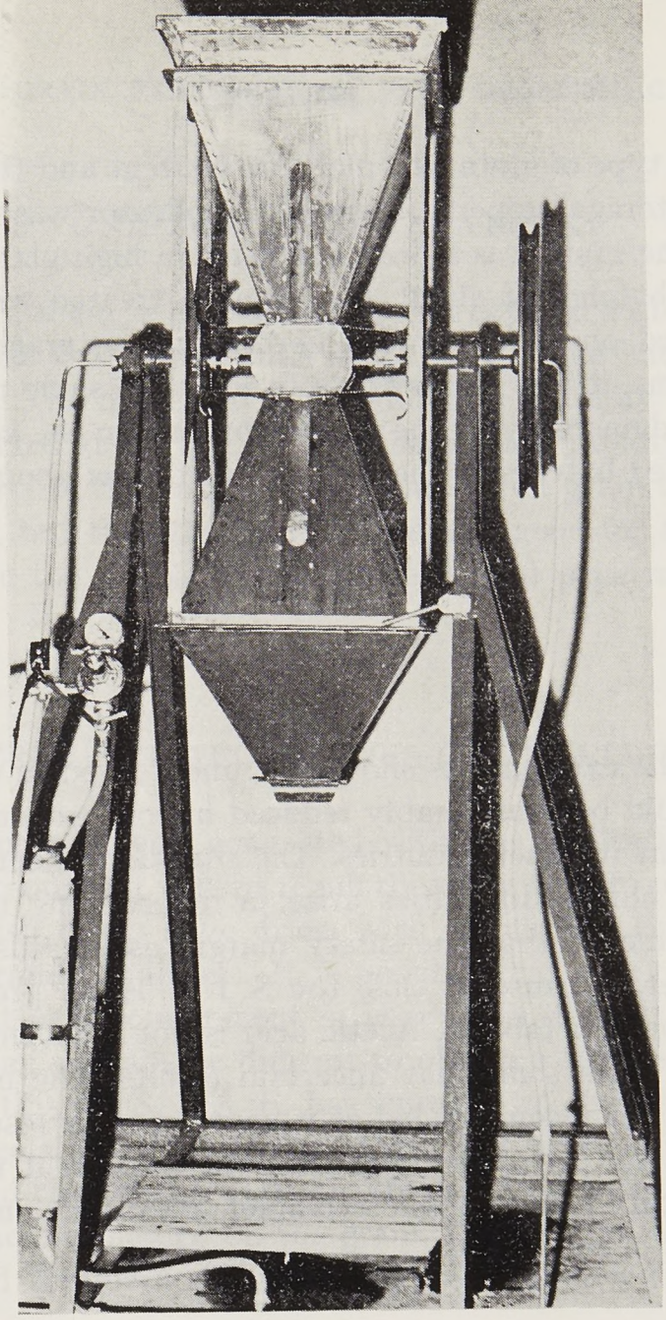


FIG. 2. — *A special equipment in which acid was sprayed into the grain in the laboratory tests*
Photo N. Ekström

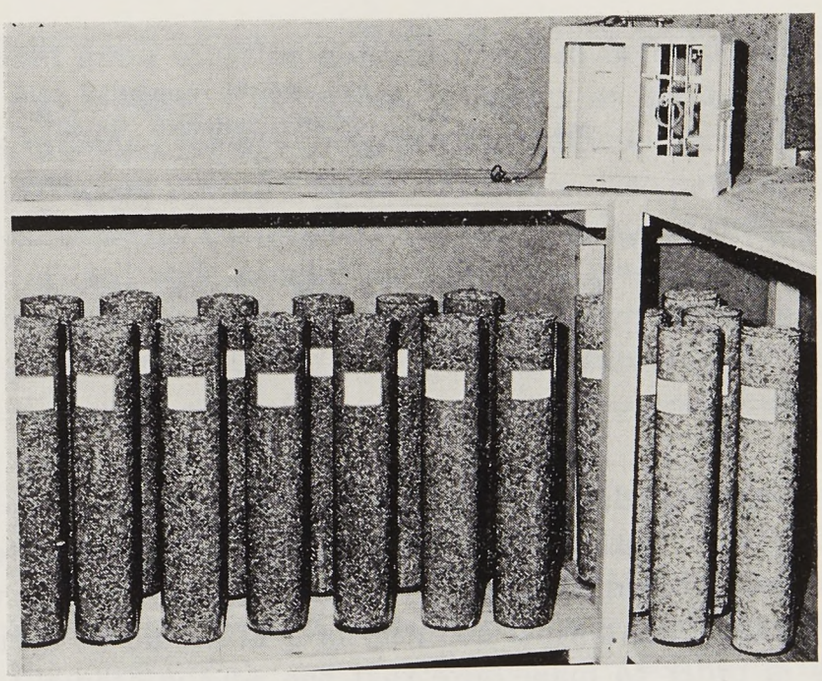


FIG. 3. — *In the laboratory tests, the samples were stored in glass cylinders so that visible changes during storage could be observed*
Photo N. Ekström

amount of acid, the type of grain, the moisture content and the storage temperature had on the grain's storage property. A special applicator was used in the acid treatment (fig. 2) and the grain was stored in 0.5-1.0 m high glass cylinders (fig. 3). In other experiments, batches of about 100 kg were treated with a commercial acid applicator and stored on the floor of a normal farm storage. In the experiments under farm conditions, it was not possible to vary the same number of factors and we have concentrated on verifying the results obtained in the laboratory experiments The size of the treated batches in these experiments was about 6 tons.

DOSAGE

The results of the experiments show that under swedish conditions the dosage of propionic acid could be considerably reduced in comparison to the recommendations found at present in other countries. The situation under practical conditions, where among other things difficulties arise in determining moisture content and transport capacity, means that the safety margin as regards the amount of acid must be much larger. Because of this, the S. I. A. E. at present recommend the amounts of acid shown in table 2. Acetic acid is not included, as the experiments with this acid have given somewhat uncertain results. The mixture of formic acid and formaldehyde is not recommended as it gave a poorer result than acid alone in the feeding experiments. It can be seen from the table that more acid is required the higher the moisture content. The recommendations are only preliminary as the experiments are still in process.

TABLE 2

The least amount of acid needed when treating moist grain

Storage time, months	Acid	p. 100	Per cent by weight of acid when the grain's moisture content is (p. 100)					
			25	27	29	31	33	35
6-8	Formic acid	85	1.30	1.40	1.50	1.60	1.70	1.80
6-8	Propionic acid	100	0.80	0.90	0.95	1.05	1.10	1.20
12	— —	100	1.00	1.10	1.20	1.30	1.40	1.50

Hitherto the recommendations have not considered differences between various types of grain. However, some of the experimental results indicate that oats may require larger amounts of acid than barley. It was also noticed that when field beans (*Vicia faba*) are treated, the normal quantity of acid should be divided over two or more treatments in order to make sure that the acid is properly absorbed in the grain.

UNIFORMITY OF TREATMENT

The aim of the treatment is that all kernels are covered with acid. Various situations may however arise that cause some small part of the batch of grain to pass untreated into storage. The untreated grain will mould rapidly. A small laboratory experiment was conducted at the S. I. A. E. to study how rapidly the mould spreads to the acid-treated parts of the batch. It was found that grain treated with propionic acid suffered least, but that the results were also good for formic acid. It took about 4 months before the visible mould elements had penetrated 2 cms into the treated grain.

ALTERNATIVE TECHNIQUES OF TREATMENT

There should be no problems connected with the application of acid on those farms where the acid treatment is used regularly every year to preserve moist grain. However, many swedish farms have driers with a sufficient capacity to deal with the harvest under normal conditions. It is possible that many of these farms will use the acid treatment as a complement in years with difficult harvest conditions. In this situation, it may perhaps be difficult to obtain a sufficient number of applicators and because of this the S. I. A. E. has studied two alternative methods which do not require any special mechanical equipment. The first method was to pour the acid over the grain and the other was to dip the grain in the acid. In both cases, at least 5 p. 100 of the acid remained on the grain. The costs of these treatments will thus be very high and the methods can hardly be recommended under any conditions.

GRINDING AND CRUSHING

The acid-treated grain must be crushed or rolled before being fed to give it a sufficiently good digestibility. This causes problems as the equipment at present found on farms is intended for dry grain. So far we have found that the best way of breaking down the grain is with a roller, or crusher. The particle sizes obtained in this way are very suitable for cattle feeds and are often quite sufficient for pig feeds. If the pigs require a feed with smaller particles, the grain must be ground. A preliminary study showed that a steel plate mill gave good results with grain containing up to about 35 p. 100 moisture. The S. I. A. E. is continuing the study of particle size reduction.

INFLUENCE ON *AVENA FATUA*

It is known that kernels of wild oats, *Avena fatua*, have greater resistance to various measures than grain of the cultivated cereals. Experiments at the S. I. A. E. show, however, that the germination ability of *Avena fatua* is completely destroyed

when it is treated with propionic acid. This is also the case if the amounts of acid used are small and the storage time is short. The importance of this should not be exagerated as *Avena fatua* is spread in so many different ways. It does, however, mean that the grain need not be broken down to the same extent as otherwise necessary. As an example can be mentioned the regulations in Denmark which require that grain containing *Avena fatua* must be ground to a fineness of 70 p. 100. The fineness is here defined as the proportion of the sample that passes a mesh of 1 mm.

FEEDING

It is not possible to introduce a new method of preserving feeds unless there is no doubt about the suitability of feed for livestock. In cooperation with the S. I. A. E., the Department of animal Husbandry of the agricultural College has carried out feeding experiments with acid-treated barley. The experiments were carried out with growing pigs and small baby-beef. The groups of growing pigs fed on acid-treated barley showed somewhat poorer weight grains and feed conversions than the control groups, at the same time as the digestibility of the grain was somewhat poorer. This can possibly be partly explained by the acid-treated barley being insufficiently finely ground. In comparison with each other, the batches of grain treated with the three acids — formic acid, acetic acid and propionic acid — gave the same feeding results. The mixture of formic acid and formaldehyde clearly gave the poorest result.

In the feeding experiments with small baby-beef, the grain treated with formic acid gave the largest increases in daily grain and feed conversion in comparaison with the control groups. The formic acid treated grain was closely followed by the grain treated with propionic acid. Grain treated with acetic acid gave approximately the same results as dry, untreated grain, while the mixture of formic acid and formaldehyde again gave clearly negative results.

ECONOMIC ASPECTS

An attempt to judge the economic aspects of the method of treating moist fodder grain with acid will, for the time being, give fairly unreliable results. This is partly because we are still uncertain about such factors as the equipment's rate of depreciation, the labour requirements, etc. The calculations presented here concern grain with a moisture content of 25 p. 100. In all cases, it is assumed that the acid-treated grain is stored in existing buildings. The investment requirements for the acid treatment are given in the diagram (fig. 4). They are compared with the investment requirements for different drying and storage plants of three types. As the diagram shows, the investments for the acid treatment are very small and are the lowest of all the methods of preservation.

The cost of the acid results, as shown by the diagram in figure 5, in the differences in costs between acid treatment and drying being not as large as the diffe-

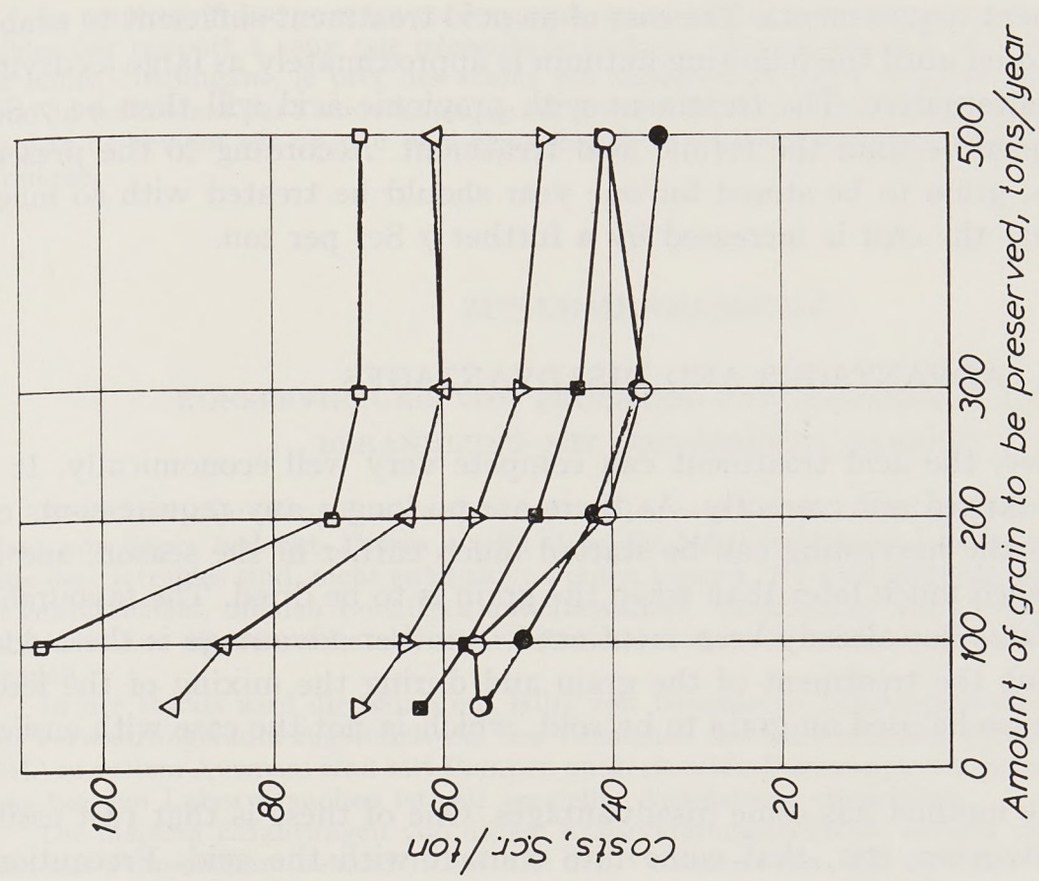


FIG. 5. — *The calculated costs for drying and acid treatment of grain with 25 p. 100 moisture content*

○——○ Ventilated floor drier, with supplemental heat
△——△ Tower drier, with supplemental heat
□——□ Common batch drier
▽——▽ Propionic acid, storage about 12 months
■——■ Propionic acid, storage 6-8 months
●——● Formic acid, storage 6-8 months

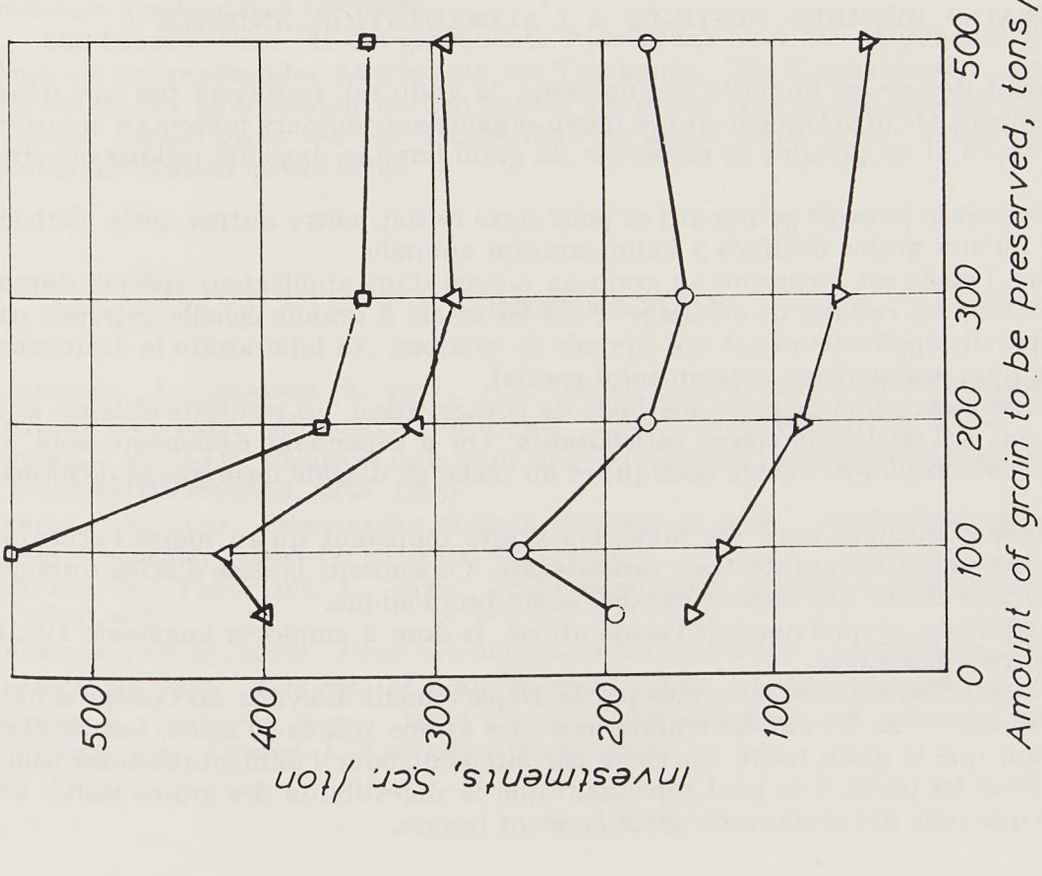


FIG. 4. — *Calculated investments for different grain plants with driers or acid applicators. It is assumed that existing buildings are used and that the mean moisture content is 25 p. 100*

○——○ Ventilated floor drier, with supplemental heat
△——△ Tower drier, with supplemental heat
□——□ Common batch drier
▽——▽ Acid treatment

rences in investment requirements. The cost of an acid treatment sufficient to enable the grain to be stored until the following autumn is approximately as large as drying by the cheapest alternative. The treatment with propionic acid will then be 7 Scr per ton more expensive than the formic acid treatment. According to the present recommendations, grain to be stored for one year should be treated with so much propionic acid that the cost is increased by a further 7 Scr per ton.

ADVANTAGES AND DISADVANTAGES

As seen above, the acid treatment can compete very well economically. It is a safe method if carried out correctly. As there are no longer any requirements on moisture content, the harvesting can be started much earlier in the season, and in the day, and finished much later than when the grain is to be dried. The favourable effect on *Avena fatua* has already been mentioned. Another advantage is the reduction of dust during the treatment of the grain and during the mixing of the feed. The method can also be used on grain to be sold, which is not the case with ensiled grain.

However, the method has some disadvantages. One of these is that rust easily forms on the conveyors, etc., that come into contact with the acid. Precautions must also be taken against the risk of the acid splashing. The acid fumes may also be troublesome, but cause only a temporary discomfort.

RÉSUMÉ

CONSERVATION PAR TRAITEMENT AUX ACIDES ORGANIQUES DES GRAINS HUMIDES DESTINÉS A L'ALIMENTATION ANIMALE

Dans le traitement des grains humides par un acide, le grain est recouvert par une mince couche d'acide qui empêche le développement des micro-organismes toujours présents à la surface des grains. De cette façon, il est possible de conserver du grain humide dans des cellules ouvertes du type courant.

Le traitement détruit le pouvoir germinatif et pour cette raison, entre autres, cette méthode ne peut s'appliquer qu'aux grains destinés à l'alimentation animale.

Dans la pratique, l'acide est incorporé au grain au moyen d'un applicateur spécial, durant le transport du grain vers les cellules de stockage. Pour les essais à grande échelle entrepris par le S. I. A. E., les appareils applicateurs ont été équipés de pompes. Au laboratoire le traitement a été réalisé à l'aide d'un appareillage expérimental spécial.

Au cours de l'expérimentation de cette méthode de conservation, les résultats obtenus avec l'acide propionique ont été particulièrement satisfaisants. On a cependant également testé, au cours de ces essais, l'acide formique, l'acide acétique et un mélange d'acide formique et de formaldéhyde.

Les résultats obtenus jusqu'ici avec ces différents acides montrent qu'au moins l'acide formique exerce également une action protectrice satisfaisante. Cependant, la dose d'acide formique nécessaire est un peu plus élevée que dans le cas de l'acide propionique.

D'une manière générale, et quel que soit l'acide utilisé, la dose à employer augmente avec la teneur en eau des grains à conserver.

Des essais d'alimentation animale, effectués par le Département Élevage du Collège d'Agriculture en liaison avec le S. I. A. E., ont été réalisés avec des grains traités à l'acide. Les résultats préliminaires montrent que le grain traité convient parfaitement pour l'alimentation des jeunes veaux et des porcs. Pour les porcs, il se peut cependant que la digestibilité des grains traités soit un peu moins bonne que celle des grains secs, grossièrement broyés.

Le matériel utilisé pour traiter les grains à l'acide demande des investissements relativement faibles par rapport à ceux que nécessite le séchage. Par conséquent, le coût du capital investi est faible. Néanmoins, le prix des acides est relativement élevé de sorte que le prix de revient total du traitement par l'acide formique est presque le même que celui du séchage par ventilation. Le prix de revient est un peu plus élevé lorsqu'on utilise l'acide propionique au lieu de l'acide formique.

ZUSAMMENFASSUNG

KONSERVIERUNG VON FEUCHTEM FUTTERGETREIDE DURCH BEHANDLUNG MIT ORGANISCHEN SAUREN

Bei Säurebehandlung von feuchtem Getreide werden die Getreidekörner mit einer dünnen Haut von Säure bedeckt. Dieses macht, dass die Mikroorganismen, die immer auf der Aussenseite des Getreides sind, nicht entwickelt werden können. Es wird dadurch möglich, das Getreide in gewöhnlichen, offenen Behältern aufzubewahren. Gleichzeitig verschwindet auch die Keimfähigkeit. Aus diesem und anderen Gründen kann man die Methode nur für Futtergetreide verwenden.

In der Praxis wird die Säure mit Hilfe von besonderen Dosierapparaten beim Transport in das Verwahrungsraum zugeführt. Bei den Versuchen des Schwedischen Instituts für Landtechnik (SIL) in vollem Ausmass sind mit Pumpen ausgerüsteten Dosierapparate gebraucht. Die Behandlung bei den Laborversuchen ist mit spezieller Ausrüstung ausgeführt.

Die meisten Erfahrungen von dieser Konservierungsmethode bezieht sich auf Getreide, das man mit Propionsäure behandelt hat. Bei den Versuchen des SIL sind aber auch Ameisensäure, Essigsäure und eine Mischung von Ameisensäure und Formaldehyd angewandt worden. Gemäss der Ergebnisse, die wir bis jetzt erhalten haben, ergibt jedenfalls Ameisensäure zufriedenstellende Konservierungseffekt. Die Dosierung im Vergleich zu Propionsäure muss doch etwas erhöht werden. Unabgesehen welche Säure man verwendet, gilt dass je höher das Wassergehalt des Getreides ist, je mehr säure muss zugeführt werden.

Beim Institut für Fütterungslehre und Pflege der Haustiere der Landwirtschaftshochschule hat man zusammen mit SIL Fütterungsversuche mit dem säurebehandelten Getreide gemacht. Gemäss der vorläufigen Versuchsergebnisse ist das säurebehandelte Getreide besonders als Futter für Mastkälber die man im Alter von 6 Monaten abschlachtet, geeignet, und auch voll verwendbar als Schweinefutter. Als solches hat es vielleicht etwas schlechtere Verdaulichkeit als trockenes geschrotenes Getreide.

Die Investitionen für die gebrauchte Ausrüstung sind die Säurebehandlung gering im Vergleich zu entsprechender Ausrüstung für Trocknung. Die Kapital-kosten werden darum gering. Aus Grund der Säurekosten werden jedoch die totale Kosten für Behandlung mit Ameisensäure ungefähr ebenso gross wie für Trocknung mit kalter Luft. Wenn Propionsäure gebraucht ist, werden die Kosten etwas höher.

REFERENCES

Eggertsen J., Johnsson S., 1971. Acid-treated grain to ruminants. *Lantmannen*, **82** (11-12), 10-12.

Ekström N., 1972. Alternatives to drying. *Lantmannen*, **83** (11-12), 29-31.

Ekström N., 1972. Choice of farm grain drier with regard to economy and labour requirement. *Jordbrukstekniska institutet, medd.* (343).

Ekström N., 1971. Preservation of grain with organic acids. *Lantbrukshögskolan, Konsulentavdelningens stencilserie, Teknik 19*, UDK 631.22, s. 4 : 1-8.

Ekström N., Thyselius L., 1972. Acid-treated grain, technique and economy. *Lantmannen*, **82** (11-12), 6-8.

Gudmundsson B., 1972. There are differences between acids. *Lantmannen*, **83** (16), 6-7.

Thomke S., 1971. Acid treated grain to growing pigs. *Lantmannen*, **82** (11-12), 12-14.

Thomke S., Tidén A., 1973. Moist barley treated with propionic, acetic or formic acid in rations to growing pigs. *Swedish J. Agriculture* (manuscript).

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (4), 631-639.

UMSETZUNGEN BEI KÖRNER- UND MAISSCHROTSILAGEN UNTER VERSCHIEDENEN SILIERTECHNISCHEN BEDINGUNGEN

H. HONIG und E. ZIMMER

Institut für Grünlandwirtschaft,
Futterbau und Futterkonservierung der Forschungsanstalt
für Landwirtschaft Braunschweig-Volkenrode,
33 Braunschweig-FAL, Bundesallee 50 (R.F.A.)

ZUSAMMENFASSUNG

Bedingt durch züchterischen Fortschritt sowie aus betriebstechnischen und ökonomischen Überlegungen heraus erfährt der Körnermaisanbau auch in der BRD starke Ausweitung.

In mehrjährigen Versuchen im Labor- und Halblabormassstab wurden die Einflussfaktoren auf das Silierergebnis systematisch untersucht. Hierbei wurden insbesondere erfasst :

— die Verluste an Trockensubstanz und Nährstoffen ;
— die CO_2-Bildung ;
— die Bildung organischer Säuren, von NH_3 und Alkohol ;
— die Stabilität der Konserve nach der Entnahme.

Auch in diesen Untersuchungen bestätigte sich der vorherr-schende Einfluss des Trocken-substanzgehaltes auf Qualität und Verluste. Dabei zeigt wieder angefeuchteter (reconstituted) Mais ungünstigere Ergebnisse als naturfeucht eingelagerter.

Zerkleinerung der Körner erbrachte ebenfalls eine starke Verbesserung des Konservierungs-ergebnisses, während der Zusatz von Zucker keine Wirkung zeigte. Anders ist der Effekt von Propionsäure, die es erlaubt, bei entsprechender Dosierung, feuchten Körnermais in einfachen, offenen Behältern verlustlos zu lagern.

Die Gasdichtigkeit der Behälter ist bei Körnersilierung Voraussetzung für ein gutes Ergebnis Bei der Silierung von geschrotenem Gut ist auch mit einfacheren Behältern. auszukommen.

Arbeits- und betriebswirtschaftliche Vorteile, wie leichte Mechanisierbarkeit des Anbaues und der Ernte sowie hohe Erträge, üben einen starken Anreiz aus, den Maisanbau auch in der Bundesrepublik auszudehnen und haben zu einer erheblichen Vergrösserung der Anblaufläche geführt. Diese Entwicklung wurde erst ermöglicht durch die züchterische Entwicklung angepasster Sorten mit kurzer Vegetationsdauer.

Beim Anbau von Körnermais in Grenzlagen bereitet der hohe Feuchtigkeits-gehalt, mit dem Körner bzw. Kolben unter den ungünstigeren Klimabedingungen

anfallen, Schwierigkeiten. Die Trocknung wird teuer und mindert die Schlagkraft des Ernteverfahrens. Als Alternativen bieten sich die Silierung bzw. chemische Konservierung an. Es war daher das Ziel mehrjähriger Versuche im Labormassstab, übertragbare Daten über die Umsetzungen und die Gärbiologie bei Körner- und Kolbenschrotsilagen unter verschiedenen siliertechnischen Bedingungen zu erarbeiten, wie es von Eckström *et al.* (1965) für Feuchtgetreide und von Schmid (1966) und Pfulb (1967) für Feuchtmais geschehen ist.

Untersucht wurden folgende Einflussfaktoren :

— Trockensubstanzgehalt bzw. Reifegrad als der die enzymatische und die mikrobielle Aktivität beeinflussende Parameter ;

— Zerkleinerung (Schroten) als die den Zellaufschluss, das Restsauerstoffvolumen, den Gasaustausch beeinflussende Grösse ;

— Lagerbedingungen : gasdichte Lagerung — konventionelle Abdeckung — offene Lagerung als technische Beschreibung für den gärbiologischen Faktor Luftsauerstoff ;

— Zusatzmittel : Proprionsäure zur wirksamen Unterbindung mikrobieller Aktivität.

Zielgrössen waren

— die CO_2-Bildung als Mass für die Umsetzungsaktivität, die mit den Trockensubstanzverlusten parallel geht ;

— die Säurebildung : Milchsäure als stabilisierendes Umsetzungsprodukt, flüchtige Säuren und Alkohol als Kennzeichen für substanz- und energiezehrende Umsetzungsvorgänge ;

— die Haltbarkeit nach der Entnahme.

Die Versuche wurden in den Versuchsanlagen des Institutes durchgeführt

— der Gas-Bilanzanlage mit 6-m^3-Behältern bei ungeregelter Temperatur 5-15°C ;

— der Laborsiloanlage mit gasdichtverschliessbaren Glasgefässen von 30 und 1,5 l Inhalt bei konstanter Temperatur von 20°C ;

— Holzrundbehältern von 4 m^3 Inhalt bei ungeregelter Temperatur von — 10 bis + 25°C.

Zur Bestimmung der Haltbarkeit wurde die CO_2-Entbindung von 50 g Proben bei vollem Luftzutritt und 20°C Lagertemperatur gemessen. Parellel wurde die Entwicklung der Mikrobenpopulation während dieser Zeit verfolgt.

ERGEBNISSE

1. — *Einfluss des Trockensubstanzgehaltes auf Umsetzungen und Leistungen*

Der Trockensubstanzgehalt des Körnermaises ist im wesentlichen vom Reifegrad und damit vom Erntezeitpunkt abhängig. Unter nord deutschen Verhältnissen muss man je nach Jahreswitterung mit 50 bis 65 p. 100 rechnen. Er wirkt sich direkt

auf die Intensität der Vergärung und Restatmung mit CO_2-Entbindung aus. In den unter streng anaeroben Lagerbedingungen durchgeführten Versuchen ergab sich eine signifikante Abhängigkeit der CO_2-Bildung vom Trockensubstanzgehalt (Bild 1). Beim Anstieg von 50 auf 70 p. 100 TS geht sie um 20 bis 30 p. 100 zurück und hört über 80 p. 100 TS ganz auf.

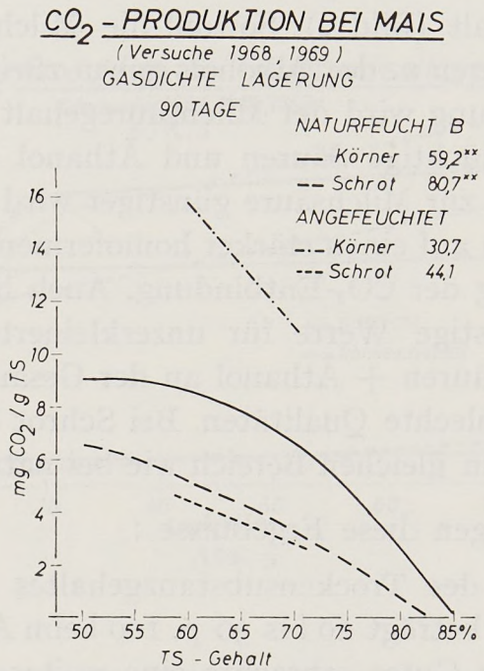


Abb. 1

Eine weitere Verringerung der Verluste ergibt sich durch die Zerkleinerung, das Schroten der Körner. Gegenüber der unzerkleinerten Variante verminderte sich die CO_2-Bildung um 30 bis 70 p. 100.

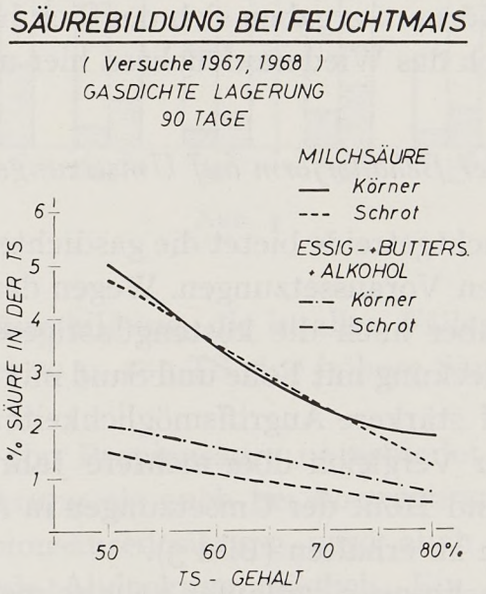


Abb. 2

Bei sehr trocken (> 65 p. 100 TS) eingebrachtem Mais wird das Wiederanfeuchten empfohlen (reconstituted grain), um eine stärkere Säurebildung und bessere Dichtlagerung zu erzielen (Rintelen *et al.*, 1963 ; Bucher, 1970). Das Wiederan-

feuchten natürlich trockener Körner auf 70 bis 60 p. 100 TS erbrachte unterschiedliche Ergebniss mit sehr grosser Streuung.

Bei Körnern lag die CO_2-Entbindung signifikant um ca. 50 p. 100 über den Werten für naturfeuchte Körner. Bei Schrot lagen die Verluste mit denen bei naturfeucht geerntetem Gut statistisch gleich.

Hinsichtlich der Säurebildung zeigte sich die entsprechende Abhängigkeit vom Trockensubstanzgehalt (Bild 2). Sowohl die Milchsäurebildung als auch die Bildung derflüchtigen Säuren u. des Alkohols gehen zurück.

Durch die Zerkleinerung wird der Milchsäuregehalt praktisch nicht beeinflusst, während die Werte für flüchtige Säuren und Äthanol signifikant niedriger liegen und damit das Verhältnis zur Milchsäure günstiger wird. Das deutet auf eine Umschichtung in der Gärflora auf einen stärker homofermentativen Typ hin und erklärt zum Teil die Verringerung der CO_2-Entbindung. Auch hier ergaben sich durch das Wiederanfeuchten ungünstige Werte für unzerkleinerte Körner. Ein Anteil von 45 p. 100 flüchtiger Fettsäuren + Äthanol an der Gesamtsäurebildung (einschliesslich Äthanol) bedeutet schlechte Qualitäten. Bei Schrot lag der Wert mit 28 p. 100. wiederum günstiger und im gleichen Bereich wie bei naturfeuchtem Gut.

Zusammengefasst zeigen diese Ergebnisse :

1. Durch Erhöhung des Trockensubstanzgehaltes ist eine deutliche Verlustsenkung festzustellen. Sie beträgt 20 bis 30 p. 100 beim Anstieg von 50 auf 70 p. 100.
2. Eine Zerkleinerung des Gutes erbrachte eine weitere Verlustverminderung und einen günstigeren Gärverlauf. Als Ursachen kommen die Aufschlusswirkung und die bessere Dichtlagerung in Frage.
3. Das Wiederanfeuchten erbrachte bei gasdichter Lagerung für Schrot keine Unterschiede zum naturfeuchten Gut in den gärbiologischen Daten. Aufgrund der damit erreichbaren besseren Dichtlagerung und intensiveren Säurebildung kann es daher für die Silierung in konventionellen Behältern geraten sein.

Bei unzerkleinerten Körnern ergaben sich deutlich höhere Verluste und schlechtere Qualitäten, so dass sich das Wiederanfeuchten hier nicht empfiehlt.

2. — *Einfluss der Behälterform auf Umsetzungen und Leistungen*

Zur Silierung von Feuchtgetreide bietet die gasdichte Lagerung von der Gärungsbiologie her die günstigsten Voraussetzungen. Wegen der damit verbundenen hohen Investitionskosten muss aber auch die kostengünstigere, konventionelle Lagerung in einfachen Silos und Abdeckung mit Folie und Sand mit in Betracht gezogen werden, welche dem Luftsauerstoff stärkere Angriffsmöglichkeiten bietet. In der Völkenroder Gasbilanzanlage ist dieser Vergleich über mehrere Jahre durchgeführt worden, um Aufschluss über Verlauf und Höhe der Umsetzungen in Abhängigkeit von mehr oder weniger anaerobem Milieu zu erhalten (Bild 3).

Die eigentlichen Umsetzungen verlaufen sehr schnell und sind nach spätestens 20 Tagen abgeschlossen. Danach kommt die CO_2-Bildung in den gasdichten Behältern praktisch zur Ruhe, während sie in den konventionell abgedeckten stetig und linear mit der Lagerdauer fortschreitet. Dieses Ergebnis gilt zunächst prinzipiell gleich für Körner und für Schrot.

Das Schroten verringert jedoch den Umfang der Umsetzungen signifikant.

Weiterhin beschleunigt es die Umsetzungen in der entscheidenden Anfangsphase der Gärung, so dass die Hauptgärung schon nach 10 Tagen abgeschlossen war.

Dieses Ergebnis wird gestützt durch solche über die Dynamik der Säurebildung in der Zeit (Bild 4). In allen drei Feuchtigkeitsstufen liegt die Säurebildung am 5. Tag für das zerkleinerte Material deutlich höher als bei unzerkleinerten Körnern, ist also intensiver verlaufen.

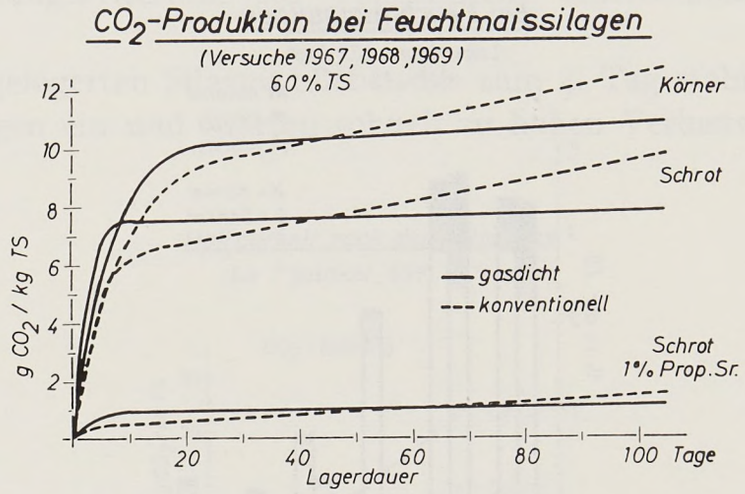


Abb. 3

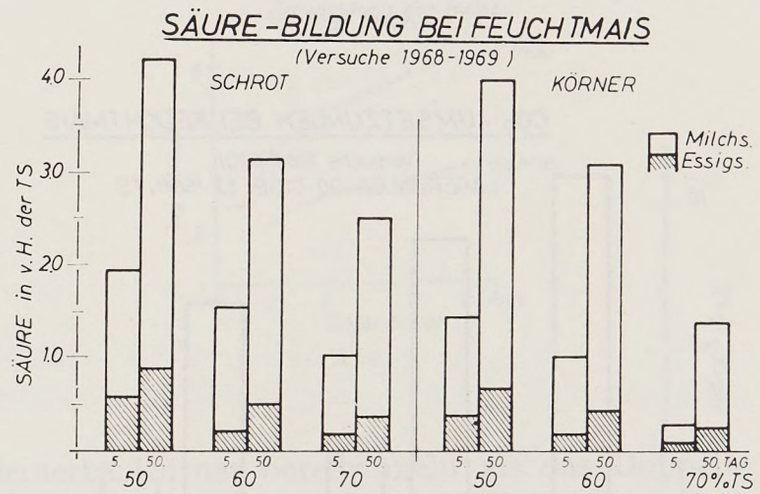


Abb. 4

Nach Abschluss der Säurebildung, die in allen Fällen bis zum 50. Tag erreicht war, zeigt sich nur noch bei 70 p. 100 TS eine höhere Säurebildung für das geschrotene Gut.

Der Zusatz von 1 p. 100 Propionsäure unterbindet nahezu alle Umsetzungen sowohl bei gasdichter Lagerung als auch bei konventioneller Abdeckung. Bei weiterer Steigerung der Propionsäuredosierung wird auch eine sichere Lagerung in offenen Behältern ohne jede Abdeckung möglich. Ein Versuch in Holzbehältern bestätigte das (Bild 5).

Die Säurebildung kommt bei den hohen Dosierungen zum erliegen. Bei 1,8 und 2,9 p. 100 Zusatz traten dementsprechend keine Verluste auf. 1 p. 100 Zusatz reicht noch für die Schrotvariante aus. Die unzerkleinerten Körner waren nach der 8-monatigen Lagerzeit zu 2/3 verdorben. Das Schrot mit 0,4 p. 100 Zusatz war noch ein-

wandfrei, zeigte aber entsprechend der höheren Säurebildung schon höhere Umsetzungsverluste.

Die Silierung von Maiskolbenschort führte, in Abhängigkeit von den unterschiedlichen Lagerungsbedingungen, zur den gleichen Ergebnissen, wie sie bei der Silierung von Körnern und Schrot erzielt wurden (Bild 6).

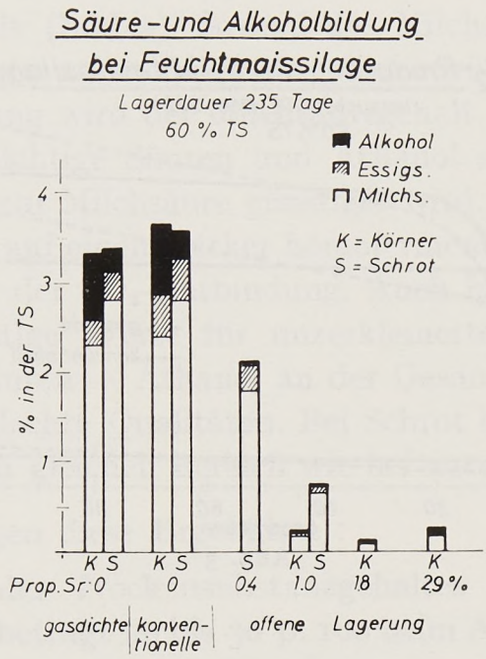


Abb. 5

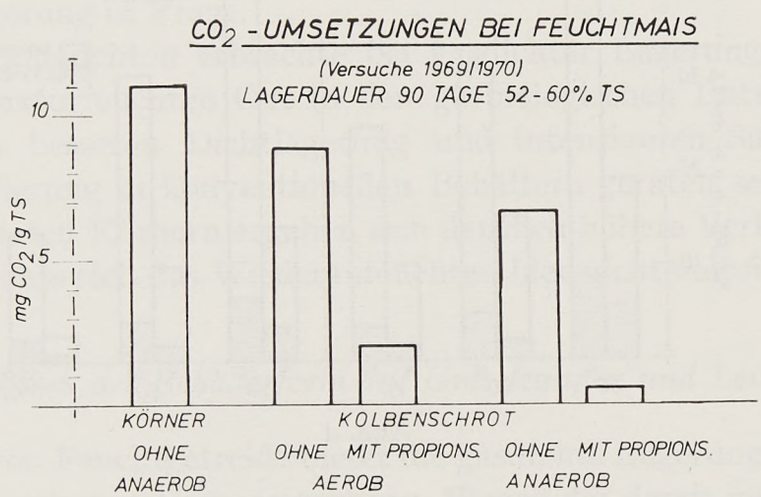


Abb. 6

Die Werte stammen aus Versuchen mit Laborsilos und stimmen gut mit den Endpunkten der auf Bild 3 gezeigten Verlaufskurven überein.

Über den Einfluss der Lagerungsbedingungen lässt sich zusammenfssend sagen:

1. Die gasdichte Lagerung führte zu den geringsten Verlusten. Nach Abschluss der Hauptumsetzungen findet praktisch kein Substanzabbau mehr statt.

2. Bei konventioneller Lagerung halten die Umsetzungen über die gesamte Lagerzeit an. Die Verluste steigen proportional der Lagerdauer.

3. Durch Zusatz von Propionsäure lässt sich Feuchtmais bei entsprechender Dosierung auch in offenen Behältern lagern. Die bekannten Dosierungsempfehlungen fanden wir bestätigt.

3. — *Haltbarkeit der Silage nach der Entnahme*

Die bisher gezeigten Ergebnisse beziehen sich auf die Gärphase und anschliessende Lagerperiode selbst. Durch den Luftzutritt bei der Entnahme werden diese Verhältnisse gestört und Möglichkeiten für neue mikrobielle Aktivitäten geschaffen. Aus diesem Grunde wurde die Haltbarkeit der Konserve nach der Entnahme als wichtiges Beurteilungskriterium für verschiedene siliertechnische Bedingungen geprüft.

Die gasdicht gelagerten Silagen blieben bis zum 4. Tag stabil (Bild 7). Danach setzten Umsetzungen ein und führten schnell zu hohen Verlustwerten, die nach 9

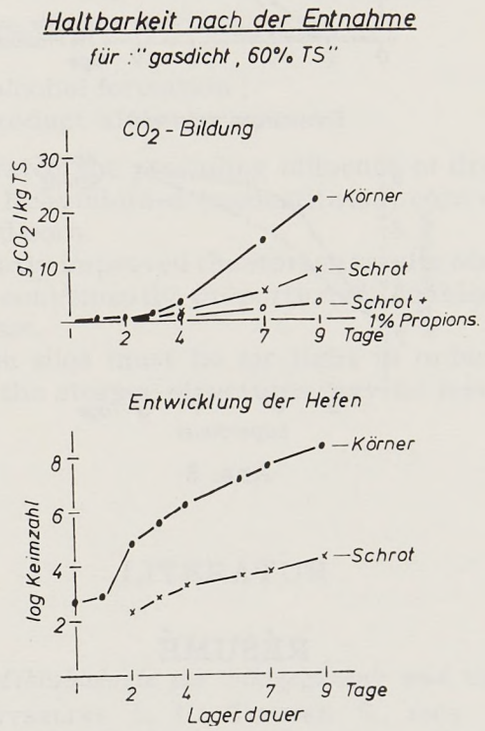


Abb. 7

Tagen für unzerkleinerte Körner bereits mehr als das Doppelte der während der Lagerung aufgetretenen Verluste ausmachten. Für Schrot lagen sie deutlich niedriger. Die mit 1 p. 100 Propionsäure behandelten Silagen blieben stabil.

Die CO_2-Entbindung zeigte ausserdem eine gute Parallelität zur Entwicklung der Hefepopulation. Damit wird wiederum bestätigt, dass diese Organismen in erster Linie für die Umsetzungen nach der Entnahme durch stürmische Mineralisation von Restzucker und/oder Milchsäure verantwortlich sind.

Bei konventionell gelagertem Gut begannen die Umsetzungen bereits nach dem 2. Tag und erreichten noch höhere Werte (Bild 8). Die Beziehung zur Hefepopulation ist auch hier deutlich. Auch hier blieb die Propionsäurevariante im gesamten Beobachtungszeitraum stabil.

Zusammenfassend ergibt sich hinsichtlich der Haltbarkeit :

1. Es zeigen sich die gleichen Abhängigkeiten wie für die Silierperiode selbst. Gasdichte Lagerung ist der konventionellen überlegen. Zerkleinerung führt bei gasdichter. Lagerung zu einer weiteren Verringerung der Umsetzungen.

2. Insgesamt ist die Haltbarkeit bei 20°C Lagertemperatur relativ gering, was bei der Fütterungstechnik und der Anpassung von Silogrösse an die Entnahmemenge berücksichtigt werden muss.

3. Länger dauernde Stabilität lässt sich durch Zusatz von Propionsäure erreichen.

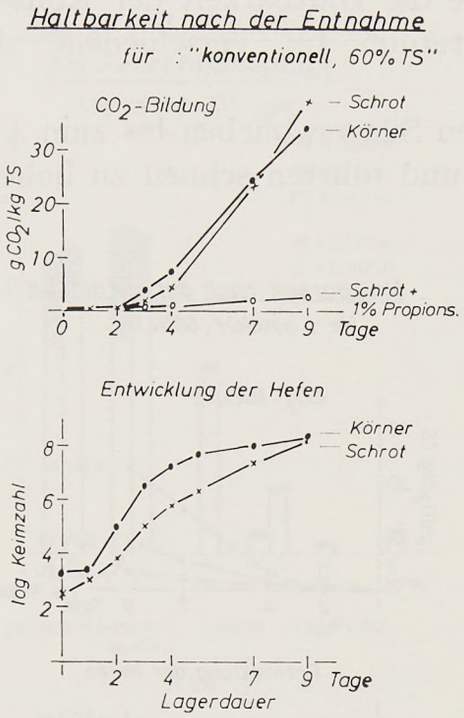


Abb. 8

RÉSUMÉ

RÉACTION DES GRAINS ET DES ÉPIS DE MAÏS BROYÉS A DIVERSES CONDITIONS TECHNIQUES D'ENSILAGE

En raison des progrès réalisés dans la sélection ainsi que pour des raisons techniques, agricoles et économiques, la culture du maïs-grain prend une grande extension, y compris en Allemagne fédérale.

Au cours d'essais s'étendant sur plusieurs années, soit en laboratoire, soit à un échelon semi-expérimental, on a étudié systématiquement les facteurs qui affectent les résultats de l'ensilage. A cette occasion, on a pris particulièrement en considération les points suivants :

— les pertes en masse sèche et en éléments nutritifs ;
— la formation du CO_2 ;
— la formation d'acides organiques, du NH_3 et d'alcool ;
— la stabilité du produit de conservation après le désilage.

Ces examens ont confirmé l'influence prédominante de la teneur en masse sèche sur la qualité des produits et sur les pertes subies. Le maïs réhumidifié (reconstitué) montre des résultats moins favorables que celui stocké initialement humide.

La fragmentation des grains a apporté également une grande amélioration des résultats de conservation tandis que l'apport de sucre s'est montré sans effet. Il en va tout autrement avec l'acide propionique qui donne la possibilité, en utilisant un dosage approprié, de stocker du maïs grain dans des réservoirs non fermés et sans subir de pertes.

Lors de l'ensilage des grains, l'étanchéité du réservoir est nécessaire pour obtenir de bons résultats. Lors de l'ensilage du grain broyé, on peut obtenir également de bons résultats avec des réservoirs de construction plus simple.

SUMMARY

REACTIONS OF GROUND CORN GRAINS AND CORN EARS UNDER VARIOUS ENSILAGING CONDITIONS

Owing to improvements in selection and for technical reasons — agricultural and economical — the cultivation of corn has notably increased in all countries, including Federal German Republic.

In the course of several years, systematic studies have been carried on either at the laboratory or at a semi-industrial stage, about the factors which affect the results of ensilage.

The following points are particularly taken into account :

— dry matter and nutritive elements losses ;
— CO_2 formation ;
— organic acids, NH_3 and alcohol formation ;
— stability of the stored product after storage.

These studies have corroborated the prevailing influence of dry matter content on the products quality and on the losses. Rehumidified (reconstituted) corn exibits less favourable results compared to initially moist stored corn.

Grain fragmentation has greatly improved the storage results whereas added sugar was ineffective. But propionic acid, when conveniently proportioned, enables to store corn grain in open structures without suffering losses.

When ensilaging grains, the silos must be air tight in order to obtain satisfying results. When ensilaging ground grain, the storage structures may be less elaborated.

LITERATUR

Bucher E., 1970. *Beiträge zur Mikrobiologie der Silagegärung und Gärfutterstabilität.* Diss. München.

Ekström N., Aniansson G., Thyselins L. U., Thomke S., 1965. *Spannmlsensilering.* Jordbrukstekniska Institutet, Uppsala, Meddelande 311.

Pfulb K., 1967. Versuche und Erfahrungen zur Silierung von zerkleinertem Körnermais. *Landw. Forschung*, **20**, 157-170.

Rintelen P. U., 1963. Einsäuerung von Körnermais mit hohem Wassergehalt. *Mitt. Dt. Ldw. Ges.*, **78**, 1362-1363.

Schmid J., 1966. Betriebswirtschaftliche Untersuchungen zur Konservierung von ausgedroschenem Körnermais. 1. Teil. *Das wirtschaftseigene Futter*, **12**, 264-285.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (4), 641-646.

UTILISATION DU MAÏS HUMIDE, TRAITÉ A L'ACIDE PROPIONIQUE, PAR LES BOVINS ET LES PORCS

C. LELONG et J. MOAL

Institut technique des Céréales et des Fourrages
91920 Boigneville (France)

RÉSUMÉ

Des rations composées uniquement de maïs-grain distribué à volonté et d'un aliment complémentaire riche en azote et minéraux ont déjà été essayées avec succès sur de jeunes bovins en croissance et engraissement. Si le maïs-grain est distribué sous forme sèche, broyé et aggloméré, les vitesses de croissances sont élevées (autour de 1 300 g par jour) mais très irrégulières ; ceci semble dû à de nombreux accidents digestifs qui se transforment souvent en météorisations. L'emploi de maïs-grain conservé humide après le traitement par l'acide propionique et aplati est beaucoup plus favorable car la consommation de maïs-grain est plus faible d'environ 10 p. 100, la vitesse de croissance reste aussi élevée qu'avec le grain sec.

Pour le bovin, l'efficacité alimentaire du maïs-grain conservé humide après traitement par l'acide propionique est donc environ 10 p. 100 supérieure à celle du maïs-grain sec.

Chez le porc également le maïs-grain humide conservé par l'acide propionique peut être utilisé sans restriction. Toutefois, on ne retrouve pas l'effet favorable sur les résultats d'élevage que l'on a pu constater chez les jeunes bovins, sinon sous forme de tendance non significative. Seul Rintelen (1971) fait un bilan complet du « système » dans l'alimentation des porcs charcutiers, et le compare très favorablement aux autres solutions possibles (ensilage de grains, maïs sec).

Un essai a montré une valeur énergétique (énergie digestible) moindre du maïs conservé par l'acide propionique. Toutefois, les résultats d'élevage au moins équivalents à ceux obtenus avec du maïs-grain sec, constatés par tous les auteurs, supposent une valeur énergétique nette très satisfaisante qui pourrait être reliée à une action favorable sur l'état sanitaire des animaux.

Il faut enfin noter que ces résultats sont dus à l'humidité du maïs plutôt qu'à son mode de conservation et que le seul essai effectué sur truies mériterait d'être repris.

Les céréales sont utilisées depuis longtemps par les bovins et surtout par les vaches laitières ; mais la quantité de céréales actuellement consommée par les bovins engraissés est très faible par rapport à ce qui pourra être consommé si le rapport du prix de la viande à celui des céréales continu à évoluer favorablement.

TABLEAU I

Utilisation de maïs-grain sec ou de maïs-grain traité à l'acide propionique pour l'engraissement des jeunes bovins

Expérience (1)	I. T. C. F. et I. N. A.						I. N. R. A.			
	Vaux-sur-Aure 1970		Vaux-sur-Aure 20		Vaux-sur-Aure 30		Theix		Bressonvilliers	
Nombre d'animaux par lot et race	6 *normands*		8 *normands*		12 *normands*		12 *salers*		12 *frisons danois*	
Mode de stabulation	Libre sur paille		Libre sur caillebotis		Libre sur caillebotis		Libre et entravée sur paille		Libre sur paille	
Régime (2) (p. 100)	MGS 73 foin 16 tourt. 11	MGAP 73 foin 16 tourt. 11	MGS 78 foin 18 urée 4 + min.	MGAP 76 foin 20 urée 4 + min.	MGS 56 MPEE 31 tourt. 13 + min.	MGAP 56 MPEE 31 tourt. 13 + min.	MGS 50 LD 50	MGAP 50 LD 50	MGS 70 LD 30	MGAP 70 LD 30
Poids initial (kg)	199	199	146	146	135	135	354	356	467	468
Poids abattage (kg)	462	458	480	482	481	486	559	570	613	613
Durée engraissement (j)	170	170	256	256	261	261	139	139	97	97
Poids de carcasse (kg)	255	262	264	263	270	273	322	329	344	345
Gain moyen quotidien (g/j) ..	1 547	1 523	1 289	1 312	1 325	1 344	1 474	1 539	1 526	1 507
Consommation par 100 kg de poids vif (kg MS)	2,03	1,93	2,24	2,05	2,07	1,98	2,03	2,02	1,94	1,88
Consommation par kg de gain de poids vif (kg MS)	4,34	4,15	5,39	4,91	4,83	4,57	6,27	6,06	6,74	6,62

(1) I. T. C. F. : Institut technique des Céréales et des Fourrages ;
I. N. A. : Institut national agronomique ;
I. N. R. A. : Institut national de la Recherche agronomique.

(2) MGS : maïs-grain sec broyé aggloméré ; MGAP : maïs-grain traité à l'acide propionique et aplati ; Tourt. : tourteau d'arachide ou de soja ; MPEE : maïs plante entière ensilé ; LD : luzerne déshydratée ; Min. : minéraux.

Des rations composées uniquement de maïs-grain distribué à volonté et d'un aliment complémentaire riche en azote et minéraux ont déjà été essayées avec succès sur de jeunes bovins en croissance et engraissement ; si le maïs-grain est distribué sous forme sèche, broyé et aggloméré, les vitesses de croissance sont élevées (autour de 1 300 g/j) mais très irrégulières ; ceci semble dû à de nombreux accidents digestifs qui se transforment souvent en météorisations ; l'emploi de maïs-grain conservé humide après le traitement par l'acide propionique et distribué aplati est beaucoup plus favorable.

RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX

Plusieurs essais ont été conduits par l'Institut technique des Céréales et des Fourrages (I. T. C. F.), l'Institut national agronomique (I. N. A.) et l'Institut national de la Recherche agronomique (I. N. R. A.) sur ce sujet (tabl. 1).

Les essais de l'I. T. C. F. ont toujours été réalisés sur de jeunes taurillons de race laitière engraissés entre les poids vifs de 150-200 kg et 460-480 kg, poids à l'abattage. Ceux de l'I. N. R. A. ont été réalisés sur des animaux beaucoup plus lourds, ainsi que cela apparaît au tableau annexe. La réaction de ces deux types d'animaux semble avoir été assez différente. Dans ces essais, les rations sont constituées, en dehors du maïs, d'un peu de foin ou de paille, d'un aliment complémentaire azoté et, dans deux essais, de luzerne déshydratée.

Les vitesses de croissance moyennes sont sensiblement les mêmes quel que soit le mode de conservation du maïs, sauf dans un essai où la vitesse de croissance est plus élevée avec le maïs conservé par l'acide propionique.

L'appétit des animaux, surtout dans le cas des animaux plus légers, est plus faible avec le maïs-grain traité à l'acide propionique qu'avec le maïs-grain sec.

L'efficacité alimentaire de la ration incorporant le maïs-grain traité à l'acide propionique est meilleure ; cette amélioration est proportionnelle à la part de maïs-grain dans la ration, et tout se passe comme si l'efficacité alimentaire du maïs-grain traité à l'acide propionique était accrue d'environ 10 p. 100 dans les trois essais sur animaux légers et de 2 à 5 p. 100 dans les deux essais sur animaux lourds.

Plus globalement, les résultats semblent plus homogènes avec les régimes à base de maïs traité à l'acide propionique : les vitesses de croissance sont plus régulières et sur le plan sanitaire, outre l'absence de météorisations, l'état général des animaux semble meilleur.

CONCLUSION

En conclusion, les bovins à viande acceptent très bien le maïs traité à l'acide propionique et même semblent mieux l'utiliser que le maïs-grain sec broyé et aggloméré. La diffusion de cette technique reste cependant liée au coût de l'acide propionique et aussi aux résultats obtenus avec un autre système de conservation du maïs-grain humide : l'ensilage.

Chez les porcs, tous les essais dont nous avons eu connaissance montrent que le

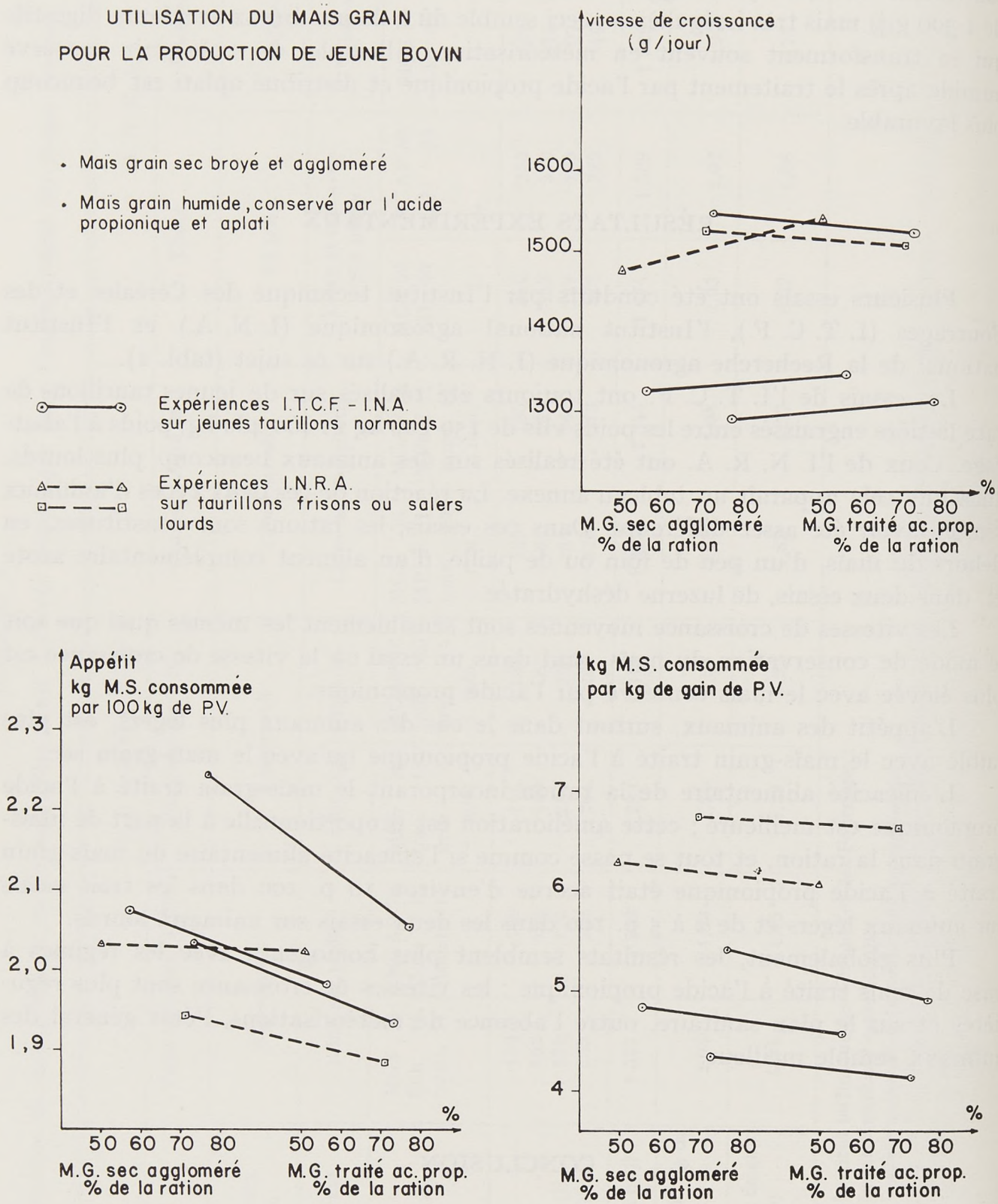

UTILISATION DU MAÏS GRAIN
POUR LA PRODUCTION DE JEUNE BOVIN
• Maïs grain sec broyé et aggloméré
• Maïs grain humide, conservé par l'acide propionique et aplati
Expériences I.T.C.F. - I.N.A. sur jeunes taurillons normands
Expériences I.N.R.A. sur taurillons frisons ou salers lourds
vitesse de croissance (g / jour)
1600
1500
1400
1300
%
50 60 70 80
M.G. sec aggloméré % de la ration
50 60 70 80
M.G. traité ac. prop. % de la ration
Appétit
kg M.S. consommée par 100 kg de P.V.
2,3
2,2
2,1
2,0
1,9
kg M.S. consommée par kg de gain de P.V.
7
6
5
4

FIG. 1

maïs conservé à l'acide propionique peut être utilisé sans restriction. FEVRIER *et al.* (1972) font toutefois une réserve dans l'alimentation des truies : dans un très bel essai conduit par les auteurs, le maïs humide traité à l'acide propionique assurerait, par rapport à un maïs sec, moins de porcelets (9 contre 11,7), mais de poids plus élevé (1 520 g contre 1 390). Toutefois, eu égard au faible nombre de truies retenues par traitement (9), les auteurs souhaiteraient qu'un tel essai puisse être repris, avant que ne soient tirées des conclusions définitives.

FEVRIER *et al.*, ainsi que COLE *et al.* (1968) montrent que le maïs conservé à l'acide propionique convient parfaitement aux porcelets.

FEVRIER *et al.* montrent également que le traitement du maïs par l'acide propionique diminue l'énergie digestible de la matière sèche ingérée par des porcs à l'engrais ; elle est de 3 736 kcal/kg, contre 3 919 pour un témoin sec. Par contre, le coefficient de rétention azotée est bien meilleur, 28,5 contre 12,7. Les résultats de croissance sont sensiblement équivalents et les auteurs en concluent que l'utilisation nette des maïs traités à l'acide propionique — des maïs humides en général — est semblable à celle des maïs secs, sinon meilleure. C'est la conclusion également de GAYE (1972) qui oppose maïs secs et maïs humides, qu'ils aient ou n'aient pas reçu d'acide propionique. Il attribue les résultats de tendances favorables aux maïs humides à une action bénéfique sur l'état sanitaire des animaux, impression que partageraient FEVRIER et de nombreux éleveurs.

Aucun auteur cependant n'arrive à accorder aux maïs traités à l'acide proprionique une supériorité significative sur les maïs secs dans l'alimentation des porcs, exception faite de RINTELEN (1971) qui chiffre cet avantage à 4 p. 100 (meilleure valeur fourragère).

SUMMARY

UTILIZATION OF PROPIONIC ACID TREATED WET CORN FOR BOVINE CATTLE AND PIGS

Feeds solely made up with corn grain at will and a complementary nitrogen and minerals rich aliment have already been successfully tested on young growing and fattening bovines ; if the latter are fed on dry crushed and compressed corn grain, growth rates are high (around 1 300 g/day) but very irregular which seems to be owed to numerous digestive troubles which often result into hoving ; the use of corn grain, stored wet after propionic treatment and squashed, is much more favourable because corn grain consumption is about 10 p. 100 lower whereas growth rate remains as high as with dry grain.

Consequently, for bovines feeding, corn grain when stored wet after propionic acid treatment is about 10 p. 100 more effective than dry corn grain.

For pigs too, wet corn stored after propionic acid treatment may be used unreservedly. However, in that case, the favourable effect noticed in the case of bovines is not to be held otherwise than as a non significant tendency. RINTELEN alone (1971) draws up a complete survey of the « system » in-meat pigs feeding, and chooses it in preference to other possible solutions (grain ensilage, dry corn).

A test showed that corn stored after propionic acid treatment had a lower energetic value (digestive energy). However, the growth and fattening results at least equivalent to those obtained with dry corn grain, as they are noted by all authors, imply a quite satisfactory net energetic value, which might be connected with a favourable action on the animals health.

Lastly it should be pointed out that these results are owed to corn moisture more than its storing method and that the only test carried out on sows deserves to be taken up again.

ZUSAMMENFASSUNG

VERWENDUNG DES MIT PROPIONSÄURE BEHANDELTEN FEUCHTEN KÖRNERMAISES FÜR DIE RINDER- UND SCHWEINEFÜTTERUNG

Die Fütterung junger Rinder und Mastrinder mit reinen Körner-maïs-Rationen mit Zugabe von eiweissreichen und mineralstoffreichen Beifutter, wurde schon seit langem erprobt. Bei Fütterung mit gemahlenem und granuliertem trockenen Könerma ist die Zuwachsrate hoch (ca. 1 300 g pro Tag) aber unregelmässig. Dies kann durch Verdauungsschwierigkeiten verursacht werden, die sich oft in Aufblähungen verwandeln. Die Fütterung mit feuchtem, zerquetschtem, mit Propionsäure behandeltem Körnermais ist günstiger, denn die Aufnahme von den Tieren ist ungefähr um 10 p. 100 hiedriger, aber die Zuwachsrate ist dieselbe wie bei trockenem Maiskorn.

Bei Rinder ist also die Wirksamkeit des mit Propionsäure behandelten und feucht gelagerten Körnermais um 10 p. 100 höher als die des trockenen Körnermais.

Der mit Propionsäure behandelte und feucht gelagerte Körnermais kann auch ohne Einschränkung für die Schweinefütterung gebraucht werden. Es werden jedoch nicht die selben günstigen Zuchtergebnisse erhalten wir bei jungen Rindern. Nur Rintelen (1971) macht eine Gesamtbilanz des « Systems » der Schlachtschweinefütterung und vergleicht es mit anderen möglichen Lösungen (Körnersilage, Trockenmais).

Ein Versuch zeigte eine geringere Verdauungsenergie des mit Propionsäure behandelten Körnermais. Aber im Allgemeinen waren die Zuchtergebnisse denen mit trockenem Körnermais gleichwertig, und zeigten gleichzeitig eine günstiger Wirkung auf die Gesundheit der Tiere.

Zum schluss kann bemerkt werden, dass diese Ergebnisse eher der Kornfecuhte als dem Lagerungsverfahren zukommen, und der einzige Versuch mit Zuchtsauen sollte wiederholt werden.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Cole D. J. A. *et al.*, 1968. *Vet. Res.* **83**, 459-464.

Février C. *et al.*, 1972. *Journées Rech. Porcine en France*, 135-142.

Gaye A., 1972. *Journées Rech. Porcine en France*, 143-147.

Rintelen P., 1771 *Maïs*, 261-263. D. L. G.-Verlag, Frankfurt/Main.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (4), 647-661.

STABILISATION DE LA MYCOFLORE DE MAÏS-GRAINS HUMIDES ENSILÉS

J. PELHATE

Faculté des Sciences, Avenue le Gorgen
29283 Brest (France)

RÉSUMÉ

La conservation, en silos étanches, de maïs-grains humides, implique l'adjonction de produits inhibiteurs des micro-organismes (moisissures en particulier). L'acide propionique souvent préconisé (et utilisé) conduit à des résultats fluctuants ; son action sélective déplace l'équilibre floristique et l'on voit notamment des espèces cosmopolites disparaître au profit d'éléments habituellement peu fréquents ou peu abondants ; la succession originale qui en résulte constitue un modèle simplifié d'évolution dynamique.

L'action de divers acides gras est testée, *in vitro*, sur les principales espèces fongiques responsables d'altération rapide : répression de la croissance des thalles ou effet biostatique sur les spores. Les résultats qui intègrent, par ailleurs, les interactions spécifiques sont en corrélation étroite avec les observations effectuées directement sur grains traités.

Dès lors, il est possible d'envisager des modes de traitement plus efficaces (doses de produits, mélanges éventuels,...) fondés sur le comportement des espèces et la succession prédéterminée des cortèges floristiques.

INTRODUCTION

La conservation de grains humides, essentiellement fondée sur l'anaérobiose et réalisable en silos étanches, reste aléatoire et peu pratiquée pour des raisons techniques (Oxley et Hyde, 1957 ; Poisson, 1960 ; Clark et Still, 1971). Il en résulte un besoin de pallier cette insuffisance par l'emploi de stabilisants chimiques vis-à-vis des moisissures dégradantes.

Sans doute, l'acide propionique a-t-il été souvent préconisé (B. P. Chemicals Ltd, 1968 *a* ; Parneix, 1970 ; A. G. P., 1970-1971) et les doses d'utilisation définies (Poisson, 1960 ; Ministry of Agriculture, Fisheries and food, 1970 ; Progil, 1970).

Nous avons précisé ses effets très sélectifs sur la mycoflore et noté, par voie de conséquence, les inévitables déplacements d'équilibre biologique faisant que des

espèces relativement rares pouvaient prendre un développement inaccoutumé et très néfaste (PELHATE, 1972).

Il convient donc de rechercher des traitements à spectre d'activité plus large. Or, parallèlement à l'acide propionique, d'autres acides gras ont un effet inhibiteur reconnu sur les moisissures (B. P. CHEMICALS Ltd, 1968 *b* ; JONES, 1970 ; SIMON, 1970 ; X, 1971).

Nous nous proposons d'en comparer l'efficacité, en utilisant ces acides isolément ou en mélanges, soit *in vitro*, soit sur grains.

I. — FLORE CARACTÉRISTIQUE DES MAÏS ENSILÉS

Une première contrainte expérimentale réside dans le choix des espèces fongiques à tester. Celles-ci sont révélées par des analyses pratiquées à divers stades de stockage de grains humides (PELHATE, 1970). Comme nous l'avons mieux établi pour les blés de conservation (PELHATE, 1968 *a*), la flore fongique des grains se répartit en trois catégories écologiques qui se différencient tant par leur origine que par leur essor relatif en cours de stockage.

TABLEAU I

Espèces caractéristiques des maïs-grains humides

Catégorie écologique	Espèces	Fréquence (p. 100 des échantillons)	Abondance (p. 100 maximal de grains pollués par échantillon)
Flore « du champ »	*Fusarium roseum* (*culmorum*) SN. et H. ...	83	100
Flore « intermédiaire »	*Cladosporium cladosporioides* (FRES..) DE VRIES	75	100
	Geotrichum candidum LINK	68	100
	Monascus purpureus WENT.	17	28
	Paecilomyces varioti BAINIER	12	15
	Trichoderma viride PERS. ex FR.	8	12
	Levures	100	100
Flore « de stockage »	*Aspergillus flavus* LINK	26	100
	Aspergillus niger Van TIEGH.	17	72
	Mucor racemosus FRES.	72	95
	Penicillium cyclopium WEST.	87	100
	Penicillium terrestre JENS.	61	45
	Scopulariopsis candida (GUEG.) VUILL.	21	62

Nous retiendrons, comme des plus caractéristiques, les espèces énoncées au tableau I. Ce choix relève des critères de fréquence ou d'abondance, sans exclure certaines espèces apparemment moins importantes mais cependant capables d'intervenir dans les cortèges évolutifs et notamment sur grains traités.

II. — RÉPRESSION DE LA CROISSANCE PAR DIVERS ACIDES

Les acides propionique, sorbique, formique et acétique sont respectivement incorporés à des substrats nutritifs usuels (l'extrait de malt à 2 p. 100, gélosé, a été retenu entre autres).

Les figures 1, 2, 3 et 4 traduisent les taux de croissance spécifiques en présence de doses croissantes d'acides incorporées au milieu de culture. Pour chaque produit, la dose maximale déduite des normes empiriques préconisées sur grains ensilés inhibe la plupart des espèces. Mais l'effet répressif sur la croissance est très inégal ; il varie avec l'acide utilisé et, pour un traitement donné, avec les espèces.

En présence d'acide propionique, les levures, le *M. purpureus*, le *P. varioti*, le *G. candidum* et, à un degré moindre, le *P. terrestre*, supportent des doses notables.

En présence d'acide sorbique, les espèces toujours considérées dans l'ordre de résistance décroissante sont : levures, *T. viride*, puis *A. flavus*, *P. terrestre*, *P. varioti*, *M. racemosus*, et *M. purpureus*.

En présence d'acide formique, l'*A. flavus* et le *P. varioti* se révèlent beaucoup plus résistants que le *G. candidum*, le *T. viride*, le *M. purpureus* ou le *M. racemosus*. On remarquera, en particulier, la grande sensibilité des levures.

En présence d'acide acétique, les courbes très dispersées traduisent d'emblée l'effet très aléatoire d'un traitement qui viserait l'inhibition d'une flore complexe. On notera les comportements extrêmes du *M. purpureus* et des levures par exemple.

Ces essais apportent une première indication quant aux doses d'acides utiles ; remarquons notamment la dose comparativement faible d'acide sorbique par rapport aux trois autres acides. Ils permettent aussi de répartir les champignons selon leur résistance globale aux divers acides.

Le *Fusarium roseum* (*culmorum*), comme d'ailleurs les autres « espèces du champ », sont très sensibles aux divers traitements ; c'est pourquoi, leur comportement ne figure pas sur les abaques. Il en est de même du *C. cladosporioides* (« espèce intermédiaire »), du *P. cyclopium* ou du *S. candida* (« espèces de stockage »).

D'autres espèces peuvent se comporter très différemment selon les cas, tel l'*A. flavus* sensible à l'acide propionique, tolérant à l'acide acétique mais résistant aux acides sorbique et formique ; tel encore le *T. viride* sensible aux acides propionique et acétique mais très tolérant aux acides sorbique et formique.

Enfin, certaines espèces apparaissent relativement résistantes aux divers acides ; ce seront précisément les agents essentiels d'altération dont on suit l'inéluctable évolution en cours de stockage (fig. 5) : le *P. varioti* et le *M. purpureus* surpassent les doses usuelles d'acide propionique et acétique. Les deux espèces, ainsi que le *G. candidum*, le *M. racemosus*, le *P. terrestre* et le *T. viride*, présentent une tolérance notable aux divers acides. Au contraire, l'*A. flavus* et les levures en général répondent très inégalement aux quatre produits.

En résumé, l'action répressive des quatre acides est très sélective ; en présence d'un cortège floristique diversifié, un seul produit inhibiteur ne peut assurer la stabilité recherchée.

Cependant, l'essor initial des espèces plus ou moins résistantes aux traitements dépend tout d'abord de la germination de leurs spores, celles-ci représentant, pour chacune, le potentiel infectieux.

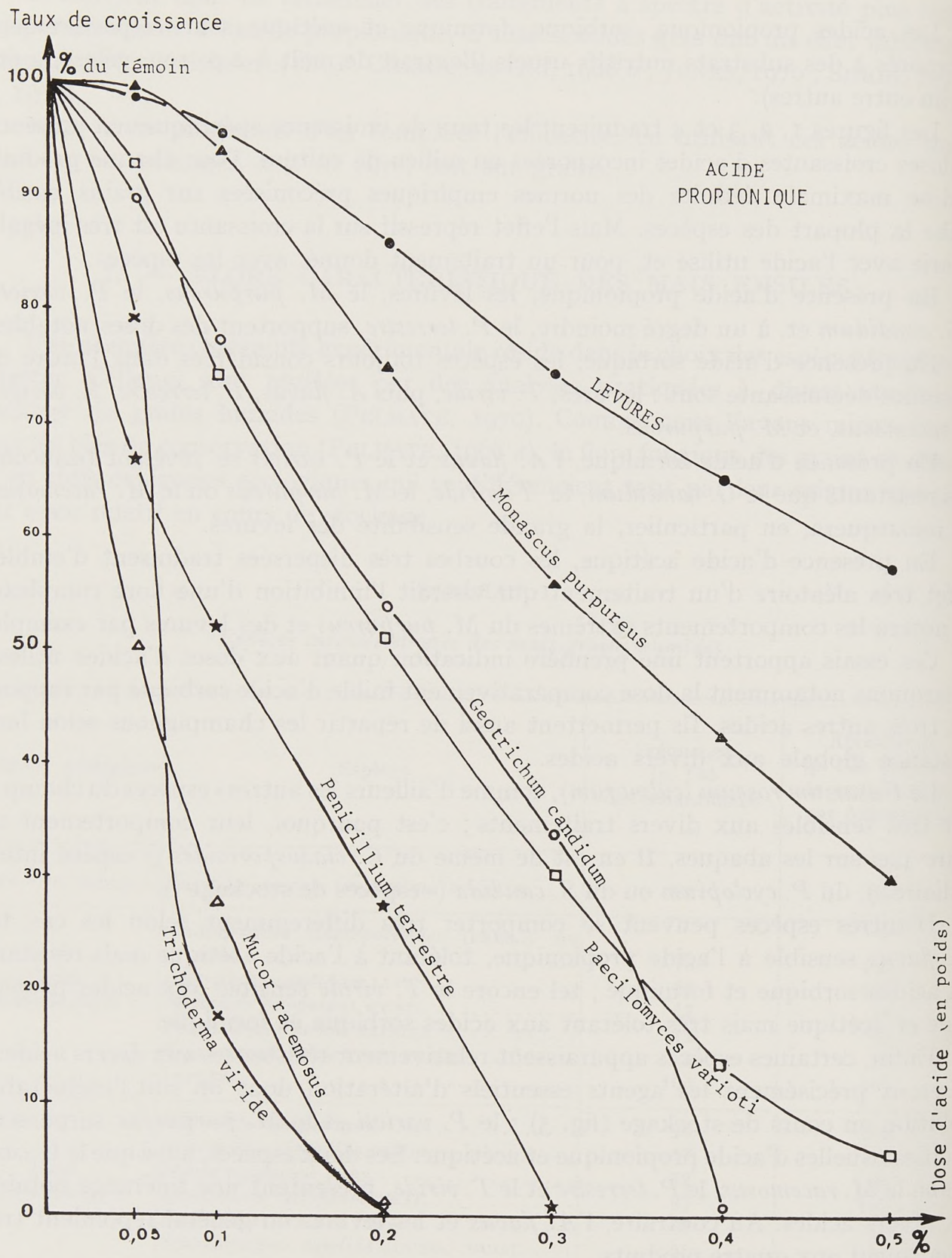


FIG. 1. — *Répression de la croissance d'espèces importantes en présence d'acide propionique*

A l'extrait de malt à 2 p. 100, gélosé (milieu témoin) sont ajoutées des doses croissantes d'acide. Les croissances linéaires moyennes, notées au bout de 5 jours, sont exprimées par rapport au témoin (taux de croissance).

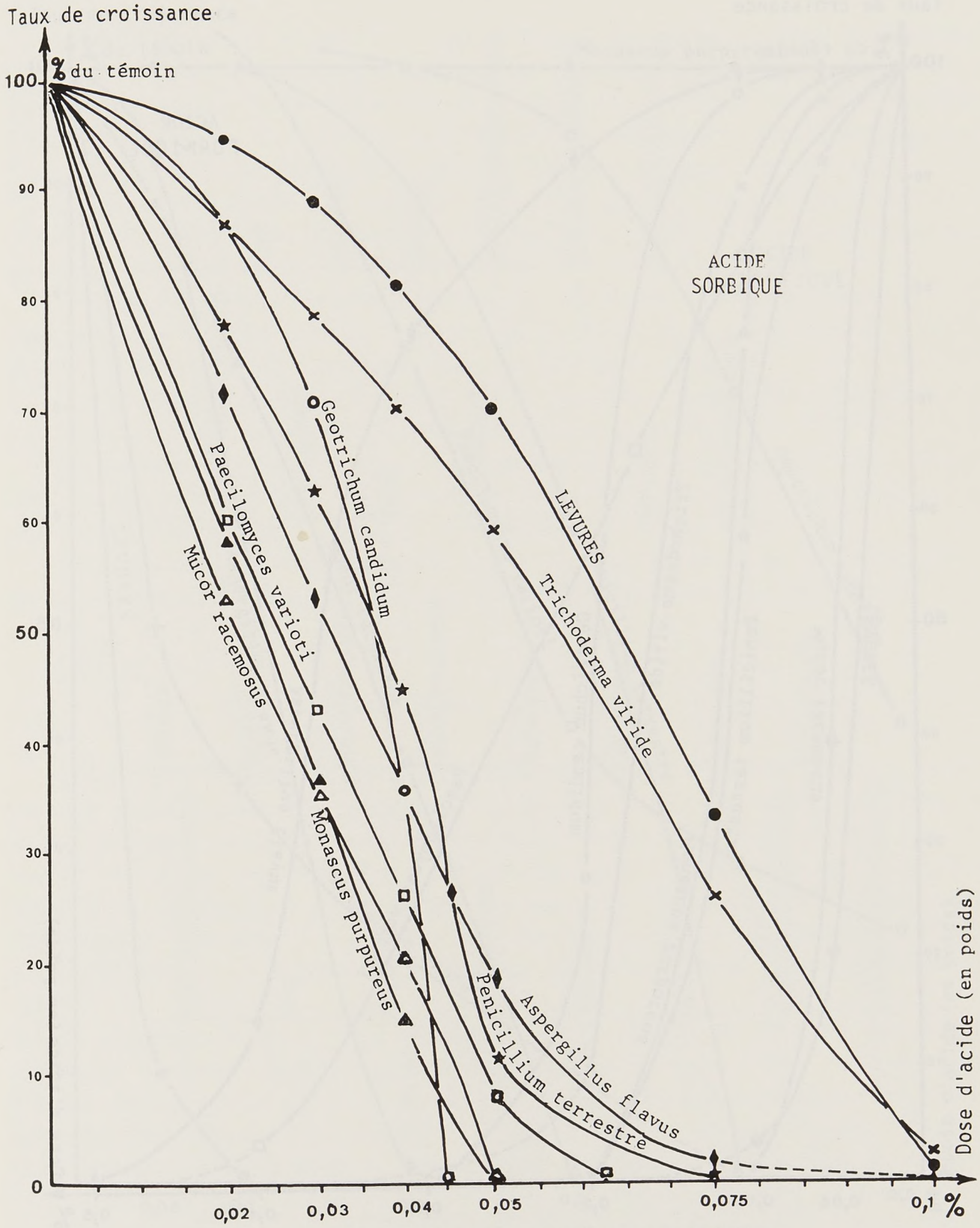


FIG. 2. — *Répression de la croissance d'espèces importantes en présence d'acide sorbique*

Milieu témoin (malt 2 p. 100, gélosé) additionné d'acide à des doses croissantes. Croissances linéaires des champignons notées à 5 jours et comparées au témoin.

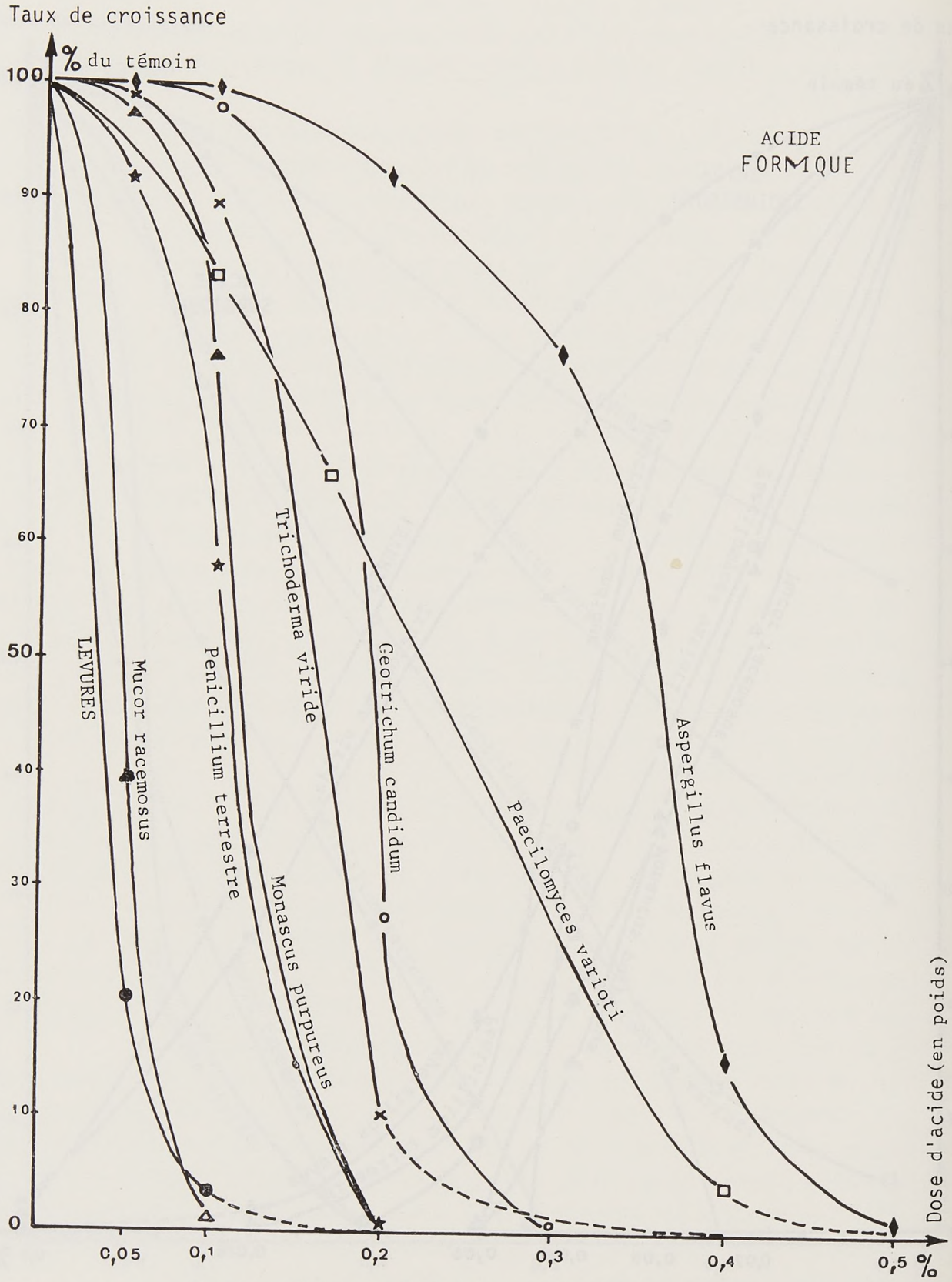


FIG. 3. — *Répression de la croissance d'espèces importantes en présence d'acide formique*

Milieu témoin (malt 2 p. 100, gélosé) additionné d'acide à des doses croissantes. Croissances linéaires des champignons notées à 5 jours et comparées au témoin.

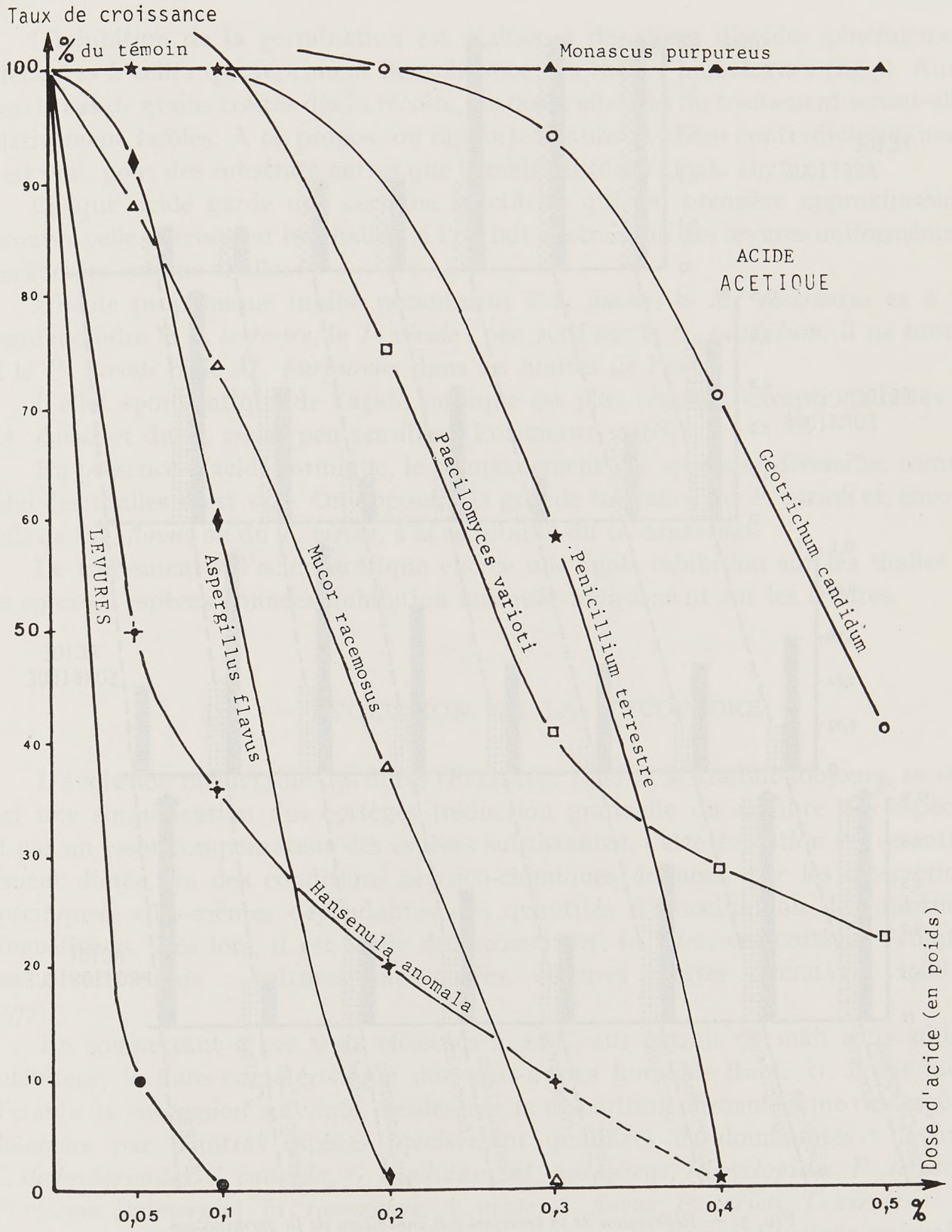


FIG. 4. — *Répression de la croissance d'espèces importantes en présence d'acide acétique*

Milieu témoin (malt 2 p. 100, gélosé), additionné d'acide à des doses croissantes. Croissances linéaires des champignons notées à 5 jours et comparées au témoin.

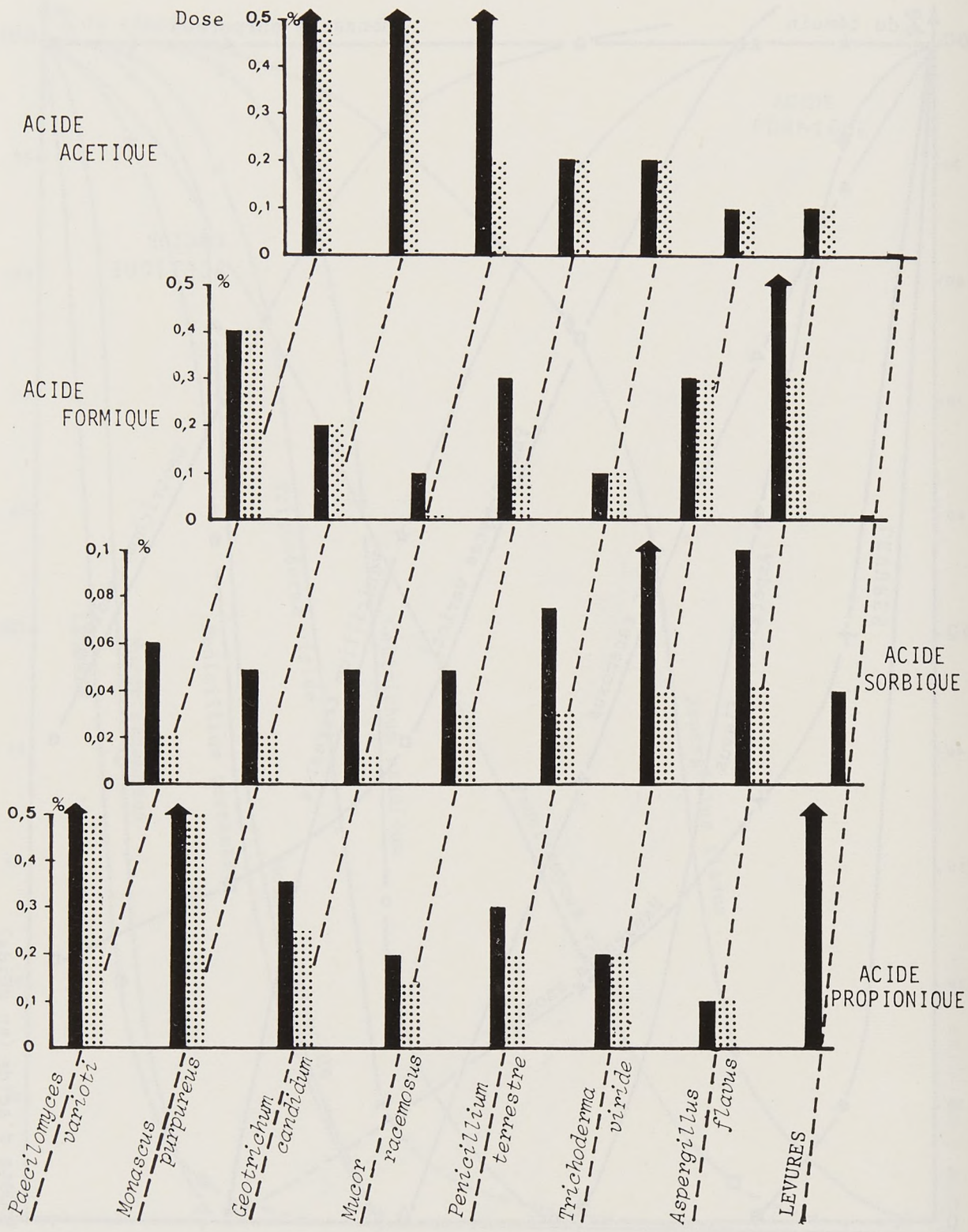


FIG. 5. — *Répression de la croissance et inhibition de la germination chez quelques moisissures dominantes*

— le figuré noir exprime, pour chaque espèce, la dose limite qui annule toute croissance ;
— le figuré en pointillé correspond à la dose limite qui inhibe toute germination.

III. — EFFET SPOROSTATIQUE DES DIVERS ACIDES

L'inhibition de la germination est réalisée à des doses d'acides généralement inférieures à celles qui répriment la croissance des thalles homologues (fig.5). Ainsi, dans le cas de grains traités dès la récolte, les doses efficaces du traitement seront-elles relativement faibles. A ce propos, on rapporte des observations contradictoires mais, il est vrai, pour des substrats autres que le maïs (Singh Verma, 1971).

Chaque acide garde une certaine spécificité qui, en première approximation, recouvre celle exercée sur les thalles, si l'on fait abstraction des levures uniformément considérées comme thalle.

L'acide propionique inhibe notamment l'*A. flavus*, le *M. racemosus* et à un degré moindre le *P. terrestre*, le *T. viride* ; peu actif sur le *G. candidum*, il ne touche ni le *P. varioti* ni le *M. purpureus* dans les limites de l'essai.

L'effet sporostatique de l'acide sorbique est plus régulier, exceptions faites de l'*A. flavus* et du *T. viride* peu sensibles (Pomeranz, 1968).

En présence d'acide formique, le comportement des spores se diversifie, comme celui des thalles il est vrai. On opposera la grande tolérance du *P. varioti* et, encore, celle de l'*A. flavus* ou du *T. viride*, à la sensibilité du *G. candidum*.

Le traitement à l'acide acétique exerce une égale inhibition sur les thalles et les spores d'espèces données, inhibition marquée uniquement sur les levures.

IV. — ÉVOLUTION DE LA MYCOFLORE

L'évolution inéluctable des flores (Pelhate, 1968 *b*) se traduit toujours, *in situ*, par une simplification des cortèges (réduction graduelle du nombre des espèces) et par un essor compensateur des espèces subsistantes. Cette évolution est essentiellement dictée, en des conditions physico-chimiques données, par les interactions spécifiques, elles-mêmes dépendantes des quantités d'inoculum ou des aptitudes compétitives. Dès lors, il est facile de reconstituer, *in vitro*, ces cortèges évolutifs par divers essais : cultures superposées, cultures mixtes (Pelhate, 1968 *c* ; 1972).

En soumettant à ces tests effectués à 22°C, sur extrait de malt sans additif inhibiteur, la flore caractéristique des maïs-grains humides (tabl. 1), il est facile d'établir la succession suivante, fondée sur la disparition chronologique des espèces dominées par d'autres espèces précisément qualifiées de dominantes : levures, *C. cladosporioides*, *S. candida*, *G. candidum*, *M. purpureus*, *P. cyclopium*, *P. terrestre*, *F. roseum* (*culmorum*), *M. racemosus*, *A. niger*, *A. flavus*, *P. varioti*, *T. viride*.

Si, par ailleurs, on considère, *in situ*, le rythme de ces substitutions en chaîne, on notera une persistance relativement longue du *M. racemosus* souvent superposé à d'autres espèces (fig. 6). Si le développement en est atténué par la concurrence du *G. candidum* d'abord, du *P. terrestre* ensuite, il ne peut être stoppé que par les éléments hautement compétitifs s'inscrivant aux genres *Aspergillus*, *Paecilomyces* et *Trichoderma*.

Si, pour comparaison, on transpose le même cortège floristique sur milieu

nutritif additionné d'acide propionique (à la dose de 0,5 p. 100) ou sur grains humides traités à l'acide (à la dose usuelle de 1 p. 100), l'évolution se résout en une série très simplifiée en raison de l'élimination des éléments peu tolérants à l'acide (PELHATE,

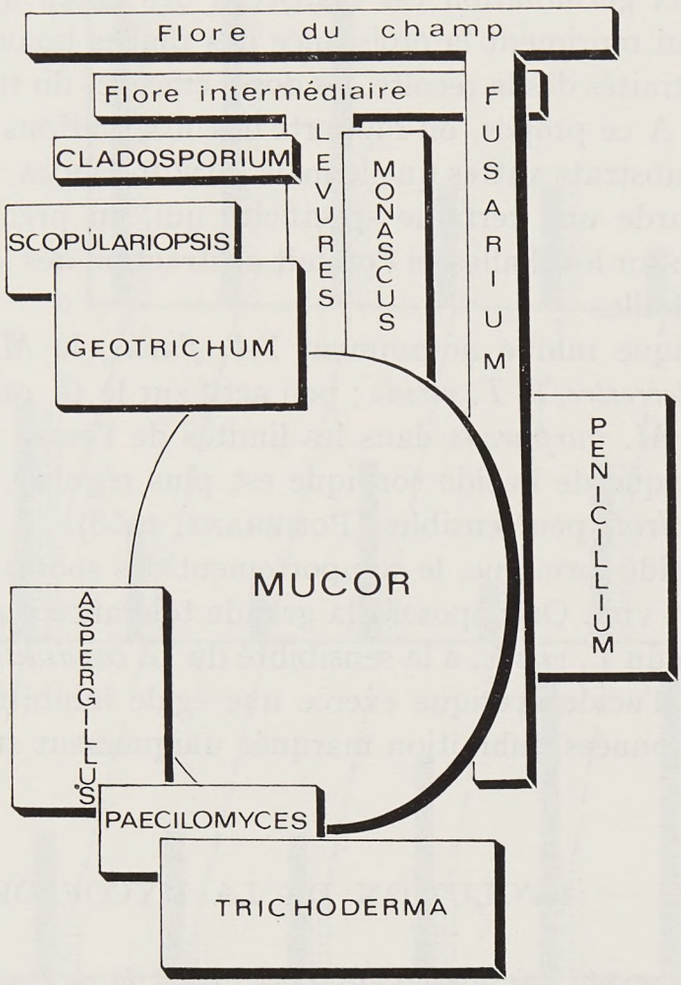


FIG. 6. — *Succession floristique sur maïs-grains humides*
La série évolutive des espèces se lit de haut en bas et conformément aux superpositions traduites sur le diagramme.
Seuls figurent les genres principaux

1972). Nous rappelons cette succession prédéterminée : levures, *G. candidum*, *M. purpureus*, *M. racemosus*, *P. terrestre*, *P. varioti*, *T. viride*.

Cet ordre est commandé par divers processus : c'est d'abord la chronologie des germinations de spores échappant progressivement à l'effet biostatique exercé par l'acide : c'est ensuite la compétition interspécifique. Or, celle-ci rend compte notamment du niveau de pollution propre à chaque espèce. Il en résultera d'abord que les espèces à germination différée se trouveront éliminées parce que mises en présence d'espèces plus fortes dans la compétition. On s'expliquera ensuite l'importance centrale du *P. terrestre* en raison d'un inoculum relativement abondant par rapport à celui d'autres espèces, comme le *P. varioti* ou le *T. viride* (tabl. 1). C'est pourquoi on observera fréquemment, dans une masse importante de grains, des variations locales de pollution spécifique et, par voie de conséquence, des « foyers d'altération » évoluant à partir d'inoculum disséminé, ponctuel, mais correspondant toujours à une espèce très compétitive et dominante par rapport aux espèces développées dans la masse ; le *P. varioti* en représente l'exemple par rapport au *P. terrestre* généralisé sur le substrat.

Les autres traitements conduisent, de même, à une simplification du cortège floristique par des suppressions d'espèces ; mais, précisément, les espèces subsistantes se replacent, dans la succession évolutive, sensiblement dans l'ordre pré-établi.

Ainsi, en présence d'acide sorbique, on observera : levures, *M. purpureus*, *M. racemosus*, *P. terrestre*, *A. flavus*, *T. viride*, en notant l'affaiblissement des levures, l'absence du *G. candidum* généralement surpassé par le *M. racemosus*, l'absence aussi du *P. varioti* inhibé par le *T. viride* ; par contre, on voit la réapparition, dans le cortège, de l'*A. flavus* capable de concurrencer le *P. terrestre*.

Le traitement à l'acide formique conduit à la série : levures, *M. purpureus*, *M. racemosus*, *A. flavus*, *P. varioti*, *T. viride*, dans laquelle le *G. candidum* est encore absent tandis que l'*A. flavus* peut se substituer purement et simplement au *P. terrestre*.

L'acide acétique perturbe moins la série caractéristique des grains non traités ; on observera : levures, *G. candidum*, *M. purpureus*, *M. racemosus*, *P. terrestre*, *P. varioti*, *T. viride*, soit la même série qu'en présence d'acide propionique avec toutefois un essor particulier du *G. candidum* et du *M. purpureus* suivi d'une accélération de l'évolution avec une phase à *M. racemosus* et *P. terrestre* très dégradante et un ultime envahissement par le *P. varioti* et le *T. viride*.

V. — APPLICATION DES RÉSULTATS AUX TRAITEMENTS DE MAÏS-GRAINS HUMIDES

La transposition des résultats précédents à la pratique des traitements soulève des problèmes de deux ordres : limites du pouvoir inhibiteur des acides, complexité de la flore spontanée dégradante des grains.

A. — *Pouvoir inhibiteur des acides*

L'effet inhibiteur recherché est, en réalité, essentiellement biostatique. Certes, beaucoup d'espèces devraient être détruites par le traitement qui, rappelons-le, consiste en la pulvérisation, sur les grains contaminés, d'un acide concentré, sinon pur. Mais alors la répartition inégale du produit laisse subsister des traces d'inoculum, principalement des spores ; celles-ci, maintenues à l'état latent, germeront, dans un ordre pré-établi que l'on déduit aisément à la lecture de la figure 5, tandis que la levée d'inhibition est graduelle.

Dès lors, il est fondamental, pour apprécier l'efficacité d'un traitement, d'en connaître la rémanence. Celle-ci a été évaluée empiriquement ; on sait notamment que les doses d'acides nécessaires à la stabilisation des moisissures croissent avec la teneur en eau du substrat ; c'est admettre que l'efficacité du traitement peut être rapportée à la concentration moyenne du produit actif rapidement réparti en surface des grains mais aussi dans leurs tissus superficiels et au niveau de l'embryon. Ces faits sont facilement prouvés par des essais d'inoculation après traitement. La reprise d'eau libre par les grains est le principal obstacle à la rémanence du produit. Mais on peut encore invoquer la volatilité des acides qui fait qu'en silos non étanches les couches inférieures restent plus vulnérables aux moisissures alors que le gradient d'anaérobiose devrait y entretenir une meilleure protection. Pourtant,

ce critère ne peut déterminer à lui seul le choix de l'acide à utiliser ; en effet, en condition semi-confinée, les vapeurs tendent à uniformiser l'action inhibitrice lorsque l'acide n'a pu, en sa phase liquide ou dispersée, atteindre directement le champignon.

Enfin, la rémanence s'entend par rapport à une flore donnée. Or, parmi le complexe floristique, réparti en une succession définie, se trouvent des éléments capables d'accélérer le rythme de succession des espèces. Dans ce sens, nous avons suggéré le rôle « détoxifiant » d'espèces telles que *G. candidum* en présence d'acide propionique (PELHATE, 1972) ; *in vitro*, sur milieu nutritif additionné d'acide, tout comme sur grains traités, l'essor de toute espèce relativement inhibée ou réprimée (selon que l'on considère la germination des spores ou la croissance du thalle) est favorisé par la présence préalable du *G. candidum*, sous la seule réserve que l'espèce soit compétitive par rapport au *G. candidum*. Ainsi expliquera-t-on généralement la phase dominante de chaque succession par le développement préalable d'une ou plusieurs espèces colonisatrices, lesquelles doivent être aptes à métaboliser ou à neutraliser l'acide. Les croissances de thalles, supérieures au témoin dans quelques essais, en fournissent encore la preuve.

C'est dire que la connaissance qualitative et quantitative de la flore des grains représente, pour l'expérimentateur, une seconde contrainte.

B. — *Relative complexité du cortège floristique*

Bien que plus ou moins simplifié par élimination d'espèces sensibles aux acides, le cortège floristique reste complexe.

Théoriquement, la prospection systématique des moisissures séminicoles est aisée ; la méthode des dilutions libérant les spores ou les thalles de l'effet biostatique et l'isolement sur grains préalablement lavés s'imposent ici (PELHATE, 1968 *a*).

Un fait reste quelque peu déconcertant : la suppression d'espèces dans le cortège rompt l'équilibre biologique. Dès lors, le rythme de développement des espèces subsistantes est accéléré. Des champignons présents à l'état de traces (pas toujours décelables) vont parfois prendre un développement considérable ; nous avons ici rapporté pour chaque traitement une phase prépondérante et quelque peu indépendante de la quantité d'inoculum présent sur grains.

La succession originale sur grains traités semble alors se dérouler selon deux processus plus ou moins intriqués : complémentarité et substitution d'espèces.

Certaines espèces se complètent comme le *G. candidum* colonisateur et tous autres éléments suffisamment abondants qui lui succèdent typiquement (comme les *Mucor* sp.) ; puis ces *Mucor* sp. conditionnent et contrôlent l'essor des *Penicillium* sp. ou, plus rarement, celui des *Aspergillus* sp. (succession connue sur les grains non traités) ; enfin des éléments peu abondants peuvent, à partir de foyers ponctuels, gagner la masse du stock grâce à leur remarquable aptitude compétitive ; c'est le cas des *Paecilomyces* sp. ou des *Trichoderma* sp.

Dans le cortège simplifié, l'essor d'éléments qui ne figuraient d'abord qu'à l'état de traces est la preuve d'une inhibition très sélective. Ainsi se révèlera, à divers stades de la succession, telle espèce entre plusieurs possibles : on peut parler de vicariance entre le *S. candida* des lots témoins et le *G. candidum* des lots traités (aux acides autres que l'acide formique), entre les *Mucor racemosus* et *hiemalis* ou l'*Absidia*

lichtheimii, entre les *P. cyclopium* (sur grains témoins), *terrestre* ou *roqueforti* (sur lots traités), entre les *P. varioti* ou *niveus* (= *Byssochlamys nivea*), entre les espèces du genre *Trichoderma*.

Convenons donc, pour nous résumer, que la flore reste complexe quand de telles substitutions compensent les disparitions.

Les acides envisagés peuvent-ils surmonter cette évolution ? La réponse ne peut être simple. Nous en avons reconnu le pouvoir typiquement biostatique et l'effet très sélectif. Du déséquilibre biologique résultant s'établissent des interrelations spécifiques nouvelles, insoupçonnées parfois. Nous avons interprété quelques maillons dans les chaînes évolutives originales. Nous proposons une formule, un mélange d'acides, qui intègre le mieux, nous semble-t-il, les qualités attribuées aux constituants respectifs et qui se lisent comparativement sur la figure 5.

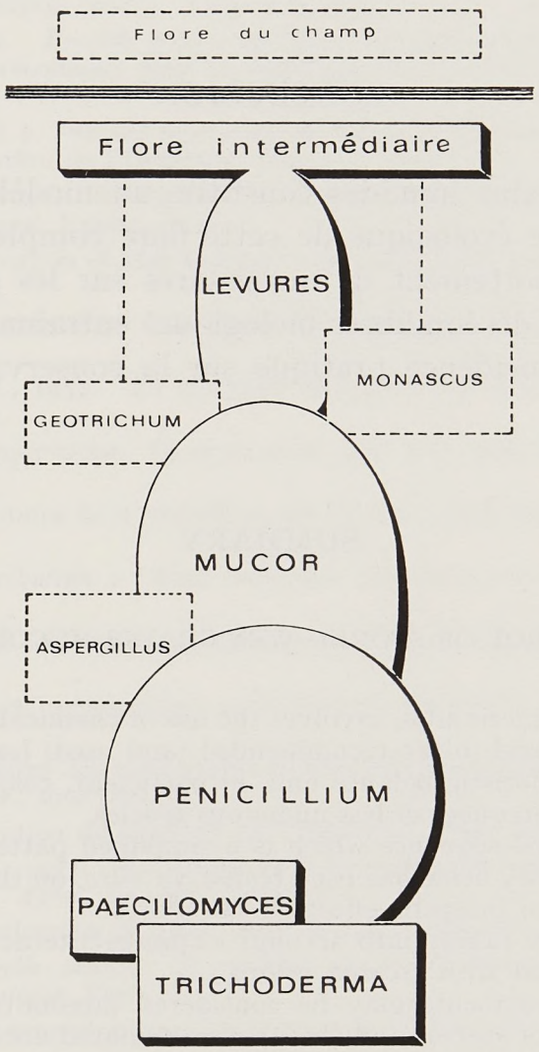


FIG. 7. — *Succession floristique sur maïs-grains humides en présence d'acides propionique, sorbique et formique* (6 : 1 : 3).
Noter la simplification du cortège réduit à quelques genres et espèces

Dans ce mélange, nous délaissons l'acide acétique qui ne semble pas convenir pour les maïs-grains dont les taux d'humidité restent toujours élevés et éminemment favorables aux espèces dites « intermédiaires » et fortement dominantes (*G. candidum*, *P. varioti*). Or, ces espèces échappent précisément à l'inhibition recherchée.

La meilleure rémanence revient à l'acide propionique qui restera donc prépondérant dans le mélange. Mais cette rémanence est grandement dépendante de l'essor

du *G. candidum* ; limitons ce dernier par addition d'acide formique. Le stade *Mucor* reste — comme sur grains non traités — au centre de l'évolution. Faut-il alors viser les genres *Penicillium* ou *Aspergillus* avant *Paecilomyces* et *Trichoderma* ? Le premier genre est notablement inhibé par l'acide formique, le second par l'acide propionique. Proposons, avec moins d'assurance, il est vrai, l'acide sorbique.

A titre indicatif, nous suivons, sur la figure 7, les effets inhibiteurs d'un mélange des trois acides retenus (propionique, sorbique et formique) dans les rapports 6 : 1 : 3, exprimés en poids. La faible dose apportée au milieu nutritif (0,2 p. 100) n'autorise qu'une lente évolution de la flore en trois phases classiques : levures — *Mucor* sp. — *Penicillium* sp. que l'on peut également suivre en des essais sur grains humides. On peut compter ici non seulement sur l'effet complémentaire des trois constituants mais encore sur la synergie du mélange.

CONCLUSION

La flore des maïs-grains humides constitue un modèle d'évolution floristique.

C'est la connaissance écologique de cette flore complexe qui permet en particulier de suivre le comportement de moisissures sur les grains traités. Mais tout traitement provoque des déséquilibres biologiques entraînant des interactions spécifiques originales dont l'incidence pratique sur la conservation doit être appréciée *in situ*.

SUMMARY

CONTROL OF STORED WET GRAINS MYCOFLORA

Wet corn storage, in hermetic silos, involves the use of chemicals inhibiting micro-organisms, molds especially. Propionic acid, often recommended (and used) leads to fluctuating results. Its selective effect changes the floristic balance and, in particular, cosmopolitan species are seen to be replaced by generally less frequent or less numerous species.

This results in an original sequence which is a simplified pattern of dynamic evolution.

The effect of different fatty acids has been tested, *in vitro*, on the main fast damaging fungi : inhibition of thallus growth or biostatic effect on the spores.

The data, which also are taking into account « species-interactions » are closely related to what can be usually observed with treated grains.

Thus, more efficient treatments may be considered (amounts of chemicals, mixtures) in relation with the behaviour of species and the predeterminated floristic sequence.

ZUSAMMENFASSUNG

STABILISIERUNG DER MYCOFLORA BEI FEUCHT SILIERTEM KÜRNERMAIS

Die Konservierung von feuchtem Körnermais in gasdichten Behältern steht in engem Zusammenhang mit der Beigabe von Hemmungsmittel gegen die Mikro organismen (hauptsächlich Schimmel). Die häufig empfohlene und gebrauchte Propionsäure führt zu schwankenden

Ergebnissen. Die Selektivwirkung verschiebt das Flora-Gleichgewicht und man kann beobachten, wie kosmopolite Spezien zu Gunsten der gewöhnlich seltneren Spezien verschwinden ; die sich daraus ergebende Aufeinanderfolge, bildet ein vereinfachtes Modell der dynamischen Entwicklung.

Die Wirkung verschiedener Fettsäuren wurde *in vitro* auf den hauptsächlichen Pilzarten geprüft, die an der raschen Verderbung verantworlich sind : Unterdrückung der Thallus oder biostatische Wirkung auf die Sporen... Die Ergebnisse, einschliesslich die spezifischen Interaktionen, sind in enger Korrelation mit den direkten Beobachtungen auf dem bearbeiteten Korn.

Infolgedessen wird es möglich wirksamere Bearbeitungsmethoden vorauszusehen (Dosierung der Mittel, etwaige Mischungen), welche durch das Verhalten der Spezien und die vorbestimmte Aufeinanderfolge des Florageleits begründet werden.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

A. G. P. M., 1970-1971. Comptes-rendus d'expérimentations avec l'acide propionique.

B. P. Chemicals Ltd, 1968 *a*. *Procédé pour empêcher le développement des moisissures dans les produits de récolte et les produits alimentaires pour les animaux* (Brevet d'invention). Ministère de l'Industrie. France.

B. P. Chemicalts ltd, 1968 *b*. *Procédé pour empêcher le développement des moisissures dans les récoltes*. (Brevet d'invention). Ministère de l'Industrie. France.

Clark J. H., Still S. T., 1971. Ecology of microfungi causing spoilage of moist grain in « air-tight » silos. 1er *Congr. int. de mycol.* Exeter, G. B.

Jones G. M., 1970. Preservation of high moisture corn with fatty acids. *Canad. J. Anim. Sci.*, **50** (3), 739-741.

Ministry of Agriculture, fisheries and food (G. B.), 1970. Storage of high moisture grain using preservative acids.

Oxley T. A., Hyde M. B., 1957. Le stockage des grains humides en atmosphère confinée. *Bull. École fr. Meun.*, (161), 221.

Parneix P., 1970. La conservation du maïs-grain par voie humide et son utilisation à la ferme. *Sc. Agrom.* Rennes.

Pelhate J., 1968 *a*. Inventaire de la mycoflore des blés de conservation. *Bull. Soc. Mycol. fr.*, **84** (1), 127-143.

Pelhate J., 1968 *b*. *Contribution à l'étude écologique des moisissures des blés de conservation*. Thèse. Brest.

Pelhate J., 1968 *c*. Étude expérimentale des interactions de moisissures caractéristiques des grains. *Rev. Mycol.*, **33**, 1-28.

Pelhate J., 1970. Analyses mycologiques sytématiques d'aliments suspects. *Cah. Nutr. Diét.*, **5** (2), 75-77.

Pelhate J., 1972. Moisissures des maïs-grains en cours de conservation. I. Leur inhibition par l'acide propionique. *Soc. Myc. Fr.*, sous presse.

Poisson J., 1960. Conservation du grain en silos étanches. *Ann. Technol. agric.*, (2), 117-137.

Poisson J., Cahagnier B., 1972. Évolution de la microflore du maïs-grain humide traité par l'acide propionique. *C. R. Acad. Agric. Fr.*, **26** (1), 1972.

Pomeranz Y., 1968. Effectiveness of sorbic acid in preservation of damp wheat. *Cer. Chem.*

Progil (Soc.), 1970. *Nouvelle méthode de stockage de grains humides pour l'alimentation animale : utilisation de l'acide propionique*. Paris.

Simon A., 1970. Chemical control of micro-organisms in stored grains. *Dissert. abstr.*, **31** (11), 6373 B.

Singh Verma S. B., 1971. Einsatz der propionsäure zur Nachkonservierung von Getreide und Körnermais sowie ihr Wirkungsmechanismus. *Landwirtsch. Forsch. Sonderheft*, **26**, 11.

X. 1971. *L'acide sorbique comme agent de conservation ; synthèse bibliographique*. Soc. Progil, Paris.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (4), 663-674.

DIE BEDEUTUNG DER PROPIONSÄURE IN DER KONSERVIERUNG VON FEUCHTGETREIDE UND ANDEREN FUTTERMITTELN

I. — Aus mikrobiologischer sicht

S. B. SINGH-VERMA

B. A. S. F., Landwirtschaftliche Versuchsstation, Ludwigshafen, (R. F. A.)

ZUSAMMENFASSUNG

Die biozide und biostatische Wirksamkeit der Propionsäure ist bereits seit 1938 bekannt, ihr Einsatz als Konservierungsmittel für Feuchtgetreide und andere Futtermittel ist jedoch jüngeren Ursprungs. Nachfolgend soll anhand einiger ausgewählter Beispiele (feuchter Körnermais, Weizen, Fischmehl, Tapioka, Legehennenfutter) die konservierende Wirkung der Propionsäure entsprechend den in den letzten nahezu 5 Jahren gesammelten Ergebnissen eigenen Untersuchungen erläutert werden.

Propionsäure stellte bei allen geprüften Getreidearten und Futtermittelni hre ausgezeichnete biozide und langanhaltende biostatische Wirksamkeit unter Beweis. Die erforderlichen Konzentrationen hängen einmal vom Wassergehalt des zu konzervierenden Produktes und zum anderen von Lagerbedingungen und Lagerdauer ab. Beispielsweise liegen die optimalen Konzentrationen für Körnermais mit 30 und 45 p. 100 H_2O-Gehalt bei 1,0 und 2,0 p. 100 Propionsäure, für Weizen mit 20, 25 und 30 p. 100 H_2O-Gehalt bei 0,6, 0,9 und 1,2 p. 100. Diese Konzentrationen gewähren einen ausreichenden Schutz über 14 Wochen hinaus. Ein 45 p. 100 H_2O-haltiger, unbehandelter Körnermais war dagegen bereits innerhalb von 4 Wochen völlig verdorben.

Zur Konservierung von Fischmehl, Tapioka und Legehennenfutter mit einem Feuchtigkeitsgehalt von ca. 8,0 bis 16,5 p. 100 ist nur ein Zusatz von 0,3 p. 100 Propionsäure erforderlich. Diese Produkte konnten biz zu 8 Wochen vor mikrobiellem Verderb bewart werden. Eine höhere Konzentration von 0,5 p. 100 lieferte vergleichbar bessere Ergebnisse.

Um eine optimale Wirkung zu erzielen, ist bei Propionsäure darauf zu achten, dass sie — wie auch andere Konservierungsmittel — gleichmässig in dem zu konservierenden Gut verteilt wird.

I. — EINLEITUNG

Propionsäure (CH_3 CH_2 COOH) ist eine klare, farblose, stechend riechende und sauer schmeckende Fülssigkeit. Wie der Name (Propionsäure = Erste Fettsäure) besagt, ist sie nach Ameisen — und Essigsäure das dritte Glied in der Reihe der soge-

nannten Fettsäuren. Ihre bioziden und biostatischen Eigenschaften sind bereits seit 1938 bekannt (HOFFMANN, SCHWEITZER und DALBY). Die Salze der Propionsäure, vor allem Na- und Ca-Propionat, wurden seither als Konservierungsmittel in der Lebensmittelindustrie eingesetzt. Die Verwendung von Propionsäure zur Haltbarmachung von Feuchtgetreide und Futtermitteln ist jedoch jüngeren Ursprungs (HUITSON, 1968 ; DRESCHER *et al.*, 1970 ; SINGH-VERMA, 1970, 1971 ; REINDERS und VAN BASTELAERE, 1972 ; SINGH-VERMA, 1972). Im folgenden wird über die in den letzten 5 Jahren gesammelten Erfahrungen bei der Konservierung von Feuchtgetreide und Futtermitteln berichtet.

II. — MATERIAL UND METHODIK

Es wurden praxisorientierte Versuche mit je ca. 40 kg pro Versuchsglied und Wiederholung durchgeführt. Um Wirkungsdauer und optimale Konzentration für unterschiedliche Feuchtigkeitsgehalte zu erarbeiten, wurden Feuchtigkeitsstufen und Konservierungsmittel-Konzentrationen variiert. Die Feuchtigkeitseinstellung erfolgte durch Zusatz von destilliertem Wasser, die Konservierungsmittelzugabe wurde mit einer Pflanzenschutzspritze vorgenommen. Zur gleichmässigen Verteilung fand ein handelsüblicher, im Innern jedoch mit Kunststoff beschichteter Betonmischer Verwendung (DRESCHER *et al.*, 1970; SINGH-VERMA, 1970). Die Aufbewahrung der Versuchs glieder erfolgte bei Raumtemperatur (20 bis 24°C) in mit losen Deckeln versehenen Kunststoff-Kästen (ca. 60 × 40 × 30 cm). Der Feuchtigkeitsgehalt veränderte sich bei den mit Propionsäure behandelten Versuchsgliedern kaum ; bei den unbehandelten — insbesondere bei Körnermais und Weizen — stieg er zum Teil beträchtlich an.

Zur Beurteilung der konservierenden Eigenschaften sind die Proben in verschiedenen Zeitabständen entnommen und der Keimgehalt mesophiler Bakterien, Hefen und Schimmelpilze quantitativ ermittelt worden. Dabei fand das Plattengssverfahren nach KOCH Anwendung (SINGH-VERMA, 1970, 1971, 1972). Die ermittelten Keimzahlen beziehen sich auf 1 Gramm Trockensubstanz.

III. — VERSUCHSERGEBNISSE

3. 1. — *Feuchtgetreide*

Die Wirkung der Propionsäure soll hier an zwei Beispielen, Körnermais und Weizen, verdeutlicht werden.

Körnermais.

Es wurden mehrere Versuchsglieder mit 30 und 45 p. 100 Wassergehalt angesetzt und die Propionsäurekonzentrationen von 0,5 bis 2,5 p. 100 variert. Ausserdem kam noch ein 15 p. 100 H_2O-haltiger Körnermais zur Auswertung. Um die Wirkungs dauer der Propionsäure zu erfassen, wurden die Proben in grösseren Abständen intersucht In Abbildung 1 sind die Ergebnisse der entsprechenden Kontrollen

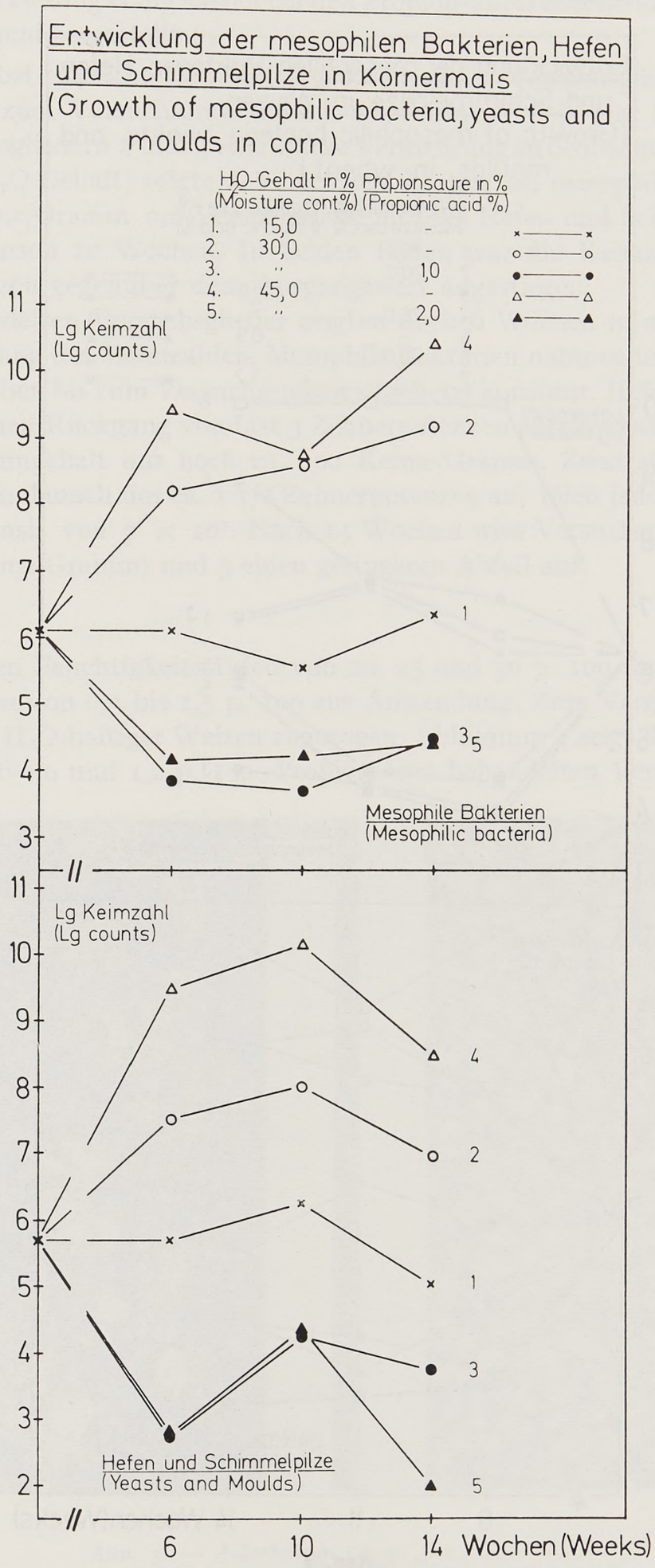

Entwicklung der mesophilen Bakterien, Hefen und Schimmelpilze in Körnermais
(Growth of mesophilic bacteria, yeasts and moulds in corn)
H2O-Gehalt in % (Moisture cont.%)
Propionsäure in % (Propionic acid %)
1. 15,0 -
2. 30,0 -
3. " 1,0
4. 45,0 -
5. " 2,0
Lg Keimzahl (Lg counts)
Mesophile Bakterien (Mesophilic bacteria)
Lg Keimzahl (Lg counts)
Hefen und Schimmelpilze (Yeasts and Moulds)
6 10 14 Wochen (Weeks)

Abb. 1

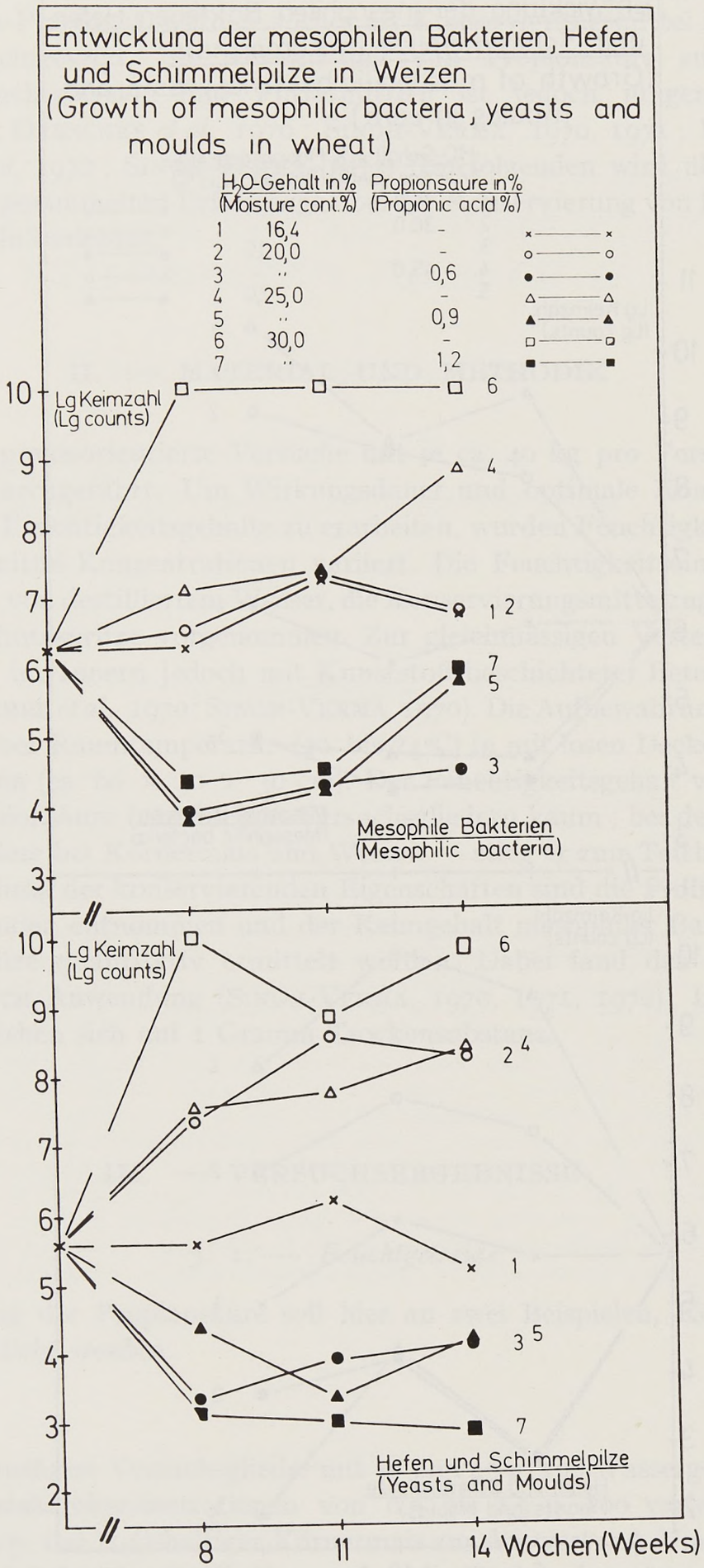

Entwicklung der mesophilen Bakterien, Hefen und Schimmelpilze in Weizen
(Growth of mesophilic bacteria, yeasts and moulds in wheat)
H2O-Gehalt in% (Moisture cont.%)
Propionsaure in% (Propionic acid %)
1 16,4 -
2 20,0 -
3 " 0,6
4 25,0 -
5 " 0,9
6 30,0 -
7 " 1,2
Lg Keimzahl (Lg counts)
Mesophile Bakterien (Mesophilic bacteria)
Hefen und Schimmelpilze (Yeasts and Moulds)
8
11
14 Wochen(Weeks)

Abb. 2

den zur Konservierung völlig ausreichenden Propionsäurekonzentrationen von 1,0 und 2,0 p. 100 gegenübergestellt :

Während bei 15 p. 100 H_2O-haltigem Körnermais (Versuchsglied 1) die Keimzahl durchweg bis zum Versuchsende nahezu unverändert blieb, war bei den unbehandelten Versuchsgliedern 2 und 4 eine starke Vermehrung zu beobachten. Versuchsglied 4 (45 p. 100 H_2O-Gehalt) zeigte den höchsten Anstieg bei mesophilen Bakterien mit über 10_{10} Keime/Gramm am Versuchsende und bei Hefen und Schimmelpilzen mit ebenfalls 10_{10} nach 10 Wochen. In beiden Fällen war die Keimzahl um mehr als 4 Zehnerpotenzen gegenüber dem Ausgangswert angestiegen.

Die behandelten Versuchsglieder zeigten nach 6 Wochen in allen Fällen einen starken Rückgang der Keimzahlen. Mesophile Bakterien nahmen um 2 Zehnerpotenzen ab und blieben bis zum Versuchsende weitgehend konstant. Hefen und Schimmelpilze hatten einen Rückgang von fast 3 Zehnerpotenzen aufzuweisen, nach 6 Wochen betrug der Keimgehalt nur noch ca. 600 Keime/Gramm. Zwar stieg die Keimzahl in beiden Fällen danach um ca. 1 1/2 Zehnerpotenzen an, blieb jedoch deutlich unter der Ausgangsbasis von 7×10^5. Nach 14 Wochen wies Versuchsglied 5 einen stärkeren (100 Keime/Gramm) und 3 einen geringeren Abfall auf.

Weizen.

Hier kamen Feuchtigkeitsstufen von 20, 25 und 30 p. 100 sowie Propionsäurekonzentrationen von 0,3 bis 1,5 p. 100 zur Anwendung. Zum Vergleich wurde noch ein 16,4 p. 100 H_2O-haltiger Weizen zugezogen. Abbildung 2 zeigt die unbehandelten und die mit 0,6-0,9 und 1,2 p. 100. Propionsäure behandelten Versuchsglieder.

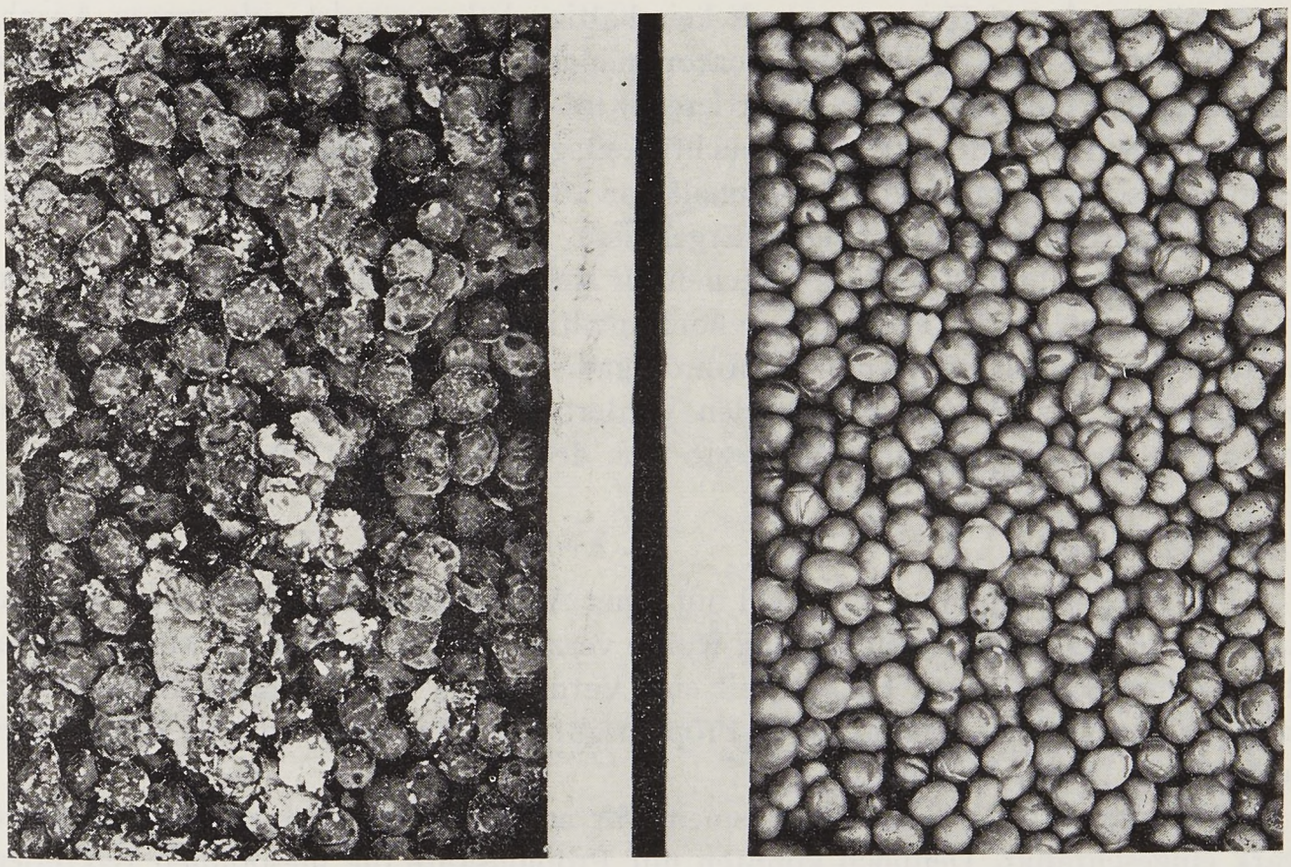


Abb. 3

Abb. 3. — *Ackerbohnen* (19 p. 100 H_2O-Gehalt).
Aufnahme 4 Monate nach Versuchsbeginn unbehandelt
Behandelt mit 0,7 p. 100 Propionsäure

Die gefundenen Ergebnisse stimmen im wesentlichen mit denjenigen bei Körnermais überein. Der zunehmende Feuchtigkeitsgehalt bei den Versuchsgliedern 2, 4 und 5 übte auf die Entwicklung der Mikroorganismen einen positiven Einfluss aus. Die höchsten Keimzahlen mesophiler Bakterien, Hefen und Schimmelpilze wurden in Versuchsglied 6, 30 p. 100 H_2O, unbehandelt, ermittelt. Sie lagen um 4 Zenerpotenzen höher als der Ausgangswert. Bei Versuchsgliedern 2 und 4 war der Keimbesatz entsprechend dem H_2O-Gehalt niedriger.

In den behandelten Versuchsgliedern 3,5 und 7 trat die biozide bzw. biostatische Wirkung der Propionsäure deutlich zutage. Die Keimzahlen wurden insgesamt zum Teil um mehr als 2 Zehnerpotenzen reduziert. Versuchsglieder 5 und 7 hatten bei mesophilen Bakterien am Versuchsende zwar eine Zunahme zu verzeichnen, die Keimzahl blieb jedoch unter dem Ausgangswert von $2{,}5 \times 10^6$. Die gleiche Tendenz, allerdings merklich schwächer, zeigten Versuchsglieder 3 und 5 bei Hefen und Schimmel pilzen.

Ahnliche Ergebnisse liegen mit anderen Cerealien, Leguminosen sowie Biertreber u. a. vor. Als optischen Beweis dazu Abbildung 3 (Ackerbohnen).

3. 2. — *Futtermittelkomponenten*

Aus zahlreichen Untersuchungen sollen als Beispiele Tapioka und Fischmehl herausgegriffen werden. Die Propionsäurekonzentrationen betrugen 0,3 und 0,5 p. 100.

Tapioka (Pellets).

Tapioka ist von Haus aus stark keimhaltig, d. h. es weist eine grosse Anzahl von in Tropen und Subtropen vorkommenden Mikroorganismen, insbesondere Schimmelpilzarten, auf. Beim Palettieren wird die Keimzahl — zumeist aber nur vorübergehend — reduziert. Ein Feuchtigkeitsgehalt von über 15 p. 100 ist keine Seltenheit, so dass von einem H_2O-Gehalt von 16,5 p. 100 ausgegangen wurde. Abbildung 4 veranschaulicht die erzielten Ergebnisse.

Die dargestellten Resultate sprechen für sich. Bei dem Feuchtigkeitsgehalt von 16,5 p. 100 reichte die Propionsäurekonzentration von 0,3 p. 100 nicht ganz aus, um über den Versuchszeitraum die Mikroorganismenentwicklung zu stoppen. Trotzdem genügte diese Menge, den totalen Verderb zu verhindern. Die Konzentration von 0,5 p. 100 (Versuchsglied 3) zeigte eine deutliche biostatische Wirkung.

Fischmehl.

Zur Anwendung kam Fischmehl mit einer Ausgangsfeuchte von 8,2 p. 100. Auf eine höhere Feuchtigkeitseinstellung wurde verzichtet, da festgestellt werden sollte, ob bei einem so niedrigen H_2O-Gehalt eine Vermehrung der Mikroorganismen überhanpt möglich ist bzw. ein Zusatz von Propionsäure eine Reduzierung des Keimgehaltes herbeiführt. Dazu Abbildung 5.

Die Aktivität der Mikroorganismen war aufgrund der sehr geringen Feuchte stark eingeschränkt. Dennoch konnten mit Propionsäure die mesophilen Bakterien über die ganze Versuchsdauer leicht reduziert werden ; bei Hefen und Schimmelpilzen, die allerdings nur in geringer Zahl vorhanden waren, konnten mit Propionsäure nur am 14 und 28. Tag ein gewisser Effekt festgestellt werden.

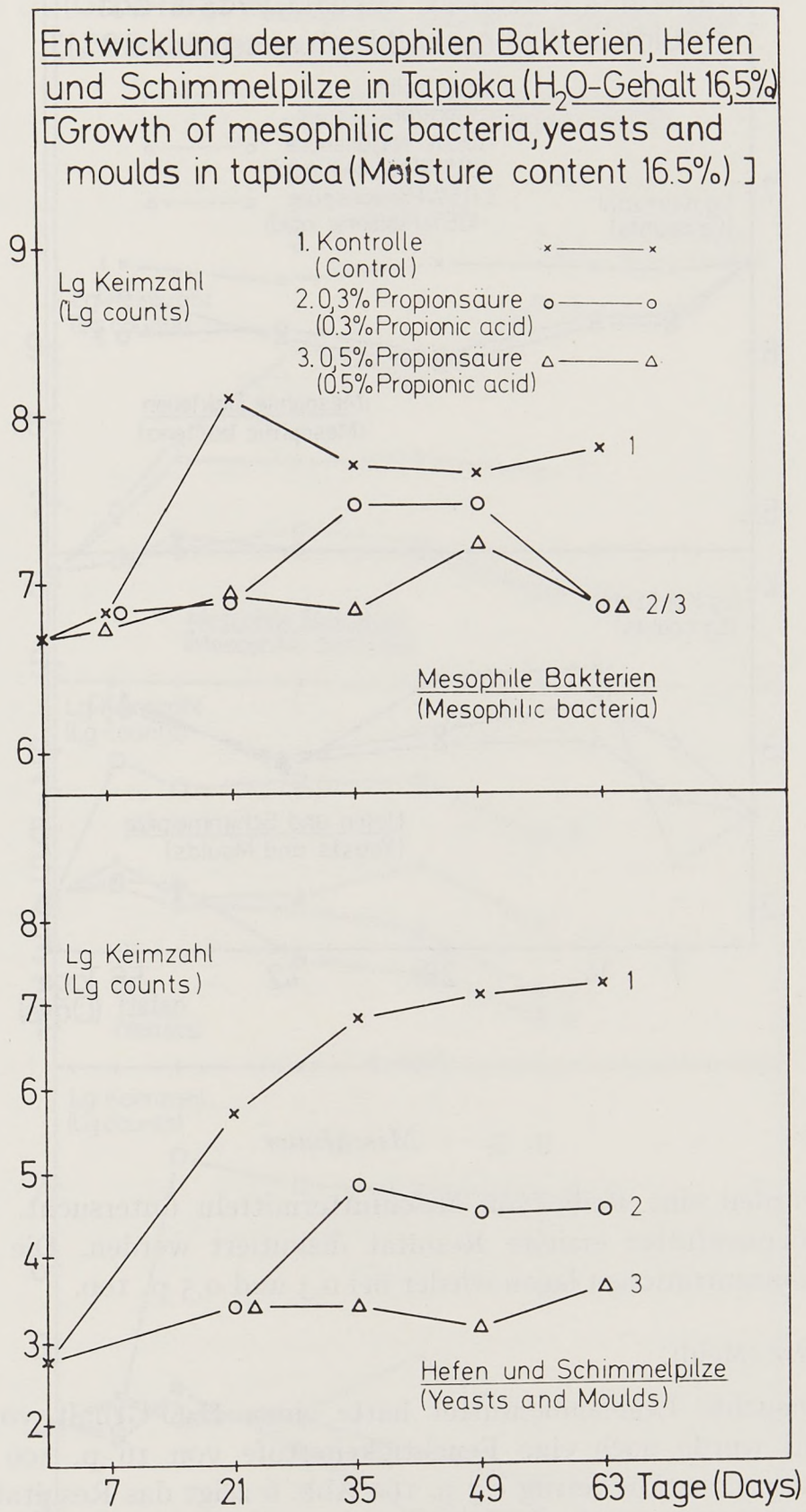

Entwicklung der mesophilen Bakterien, Hefen und Schimmelpilze in Tapioka (H_2O-Gehalt 16,5%)
[Growth of mesophilic bacteria, yeasts and moulds in tapioca (Moisture content 16.5%)]
1. Kontrolle (Control)
2. 0,3% Propionsäure (0.3% Propionic acid)
3. 0,5% Propionsäure (0.5% Propionic acid)
Lg Keimzahl (Lg counts)
9
8
7
6
1
2/3
Mesophile Bakterien (Mesophilic bacteria)
Lg Keimzahl (Lg counts)
8
7
6
5
4
3
2
1
2
3
Hefen und Schimmelpilze (Yeasts and Moulds)
7
21
35
49
63 Tage (Days)

Abb. 4

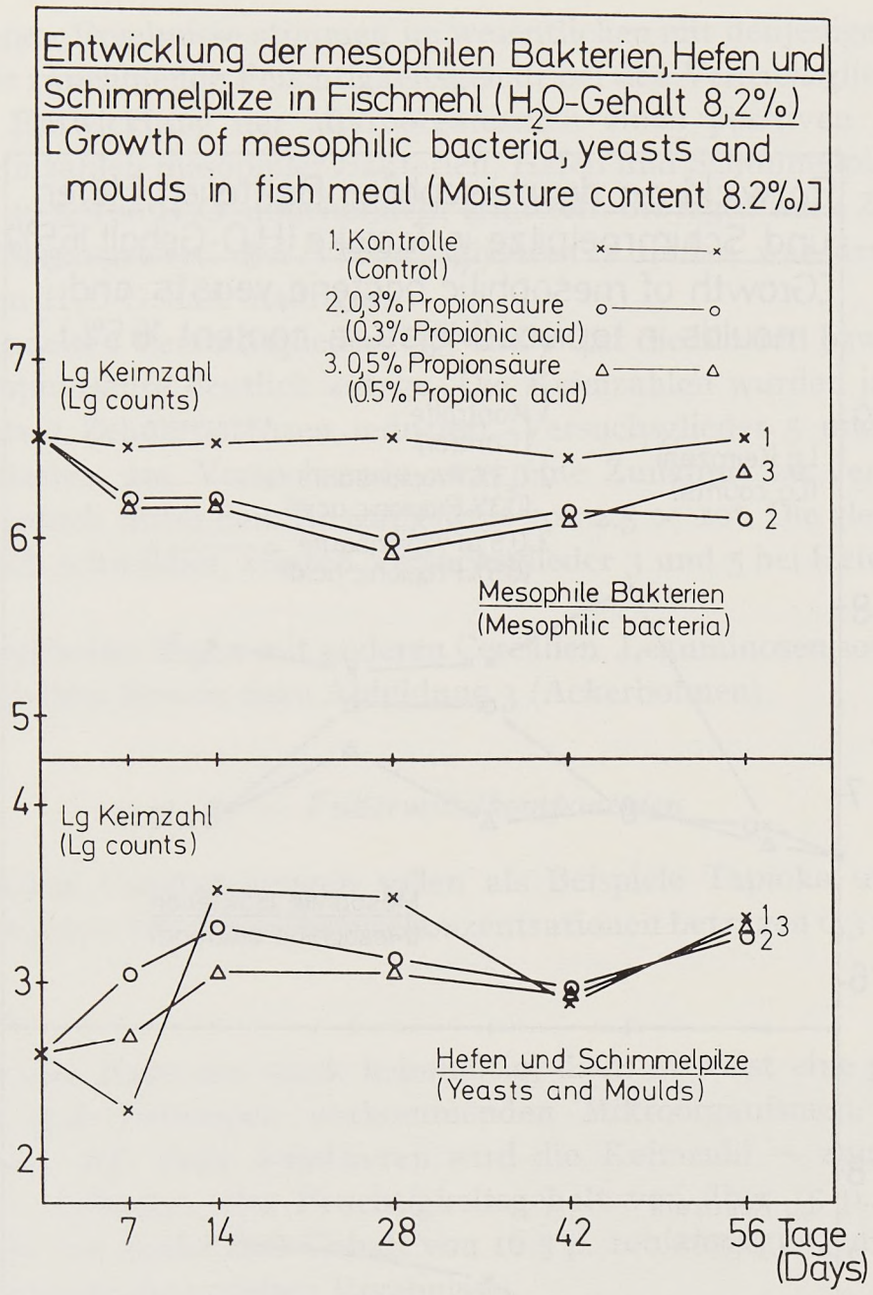


Abb. 5

3. 3. — *Mischfutter*

Ferner wurden eine Reihe von Mischfuttermitteln untersucht. Hier soll nur das bei Legehennenfutter erzielte Resultat diskutiert werden. Die angewandten Propionsäurekonzentrationen lagen wieder bei 0,3 und 0,5 p. 100.

Legehennenfutter (Mehl).

Das untersuchte Legehennenfutter hatte einen H_2O-Gehalt von 10 p. 100, darüber hinaus wurde noch eine Feuchtigkeitsstufe von 16 p. 100 geprüft. Die Propionsäurekonzentration betrug 0,3 p. 100 Abb. 6 zeigt das Resultat.

Bedingt durch den hohen Anfangsbesatz an Hefen wurden diese gesondert ermittelt. Versuchsglied 1 (10 p. 100 H_2O, unbehandelt) zeigte sowohl bei Hefen als auch Schimmelpilzen eine relativ geringe Keimzahl-Entwicklung, die Werte schwankten geringfügig nach oben und unten. Bei mesophilen Bakterien Liess sich hingegen bereits nach 14 Tagen eine Zunahme um 1 1/2 Zehnerpotenzen feststellen, die bis

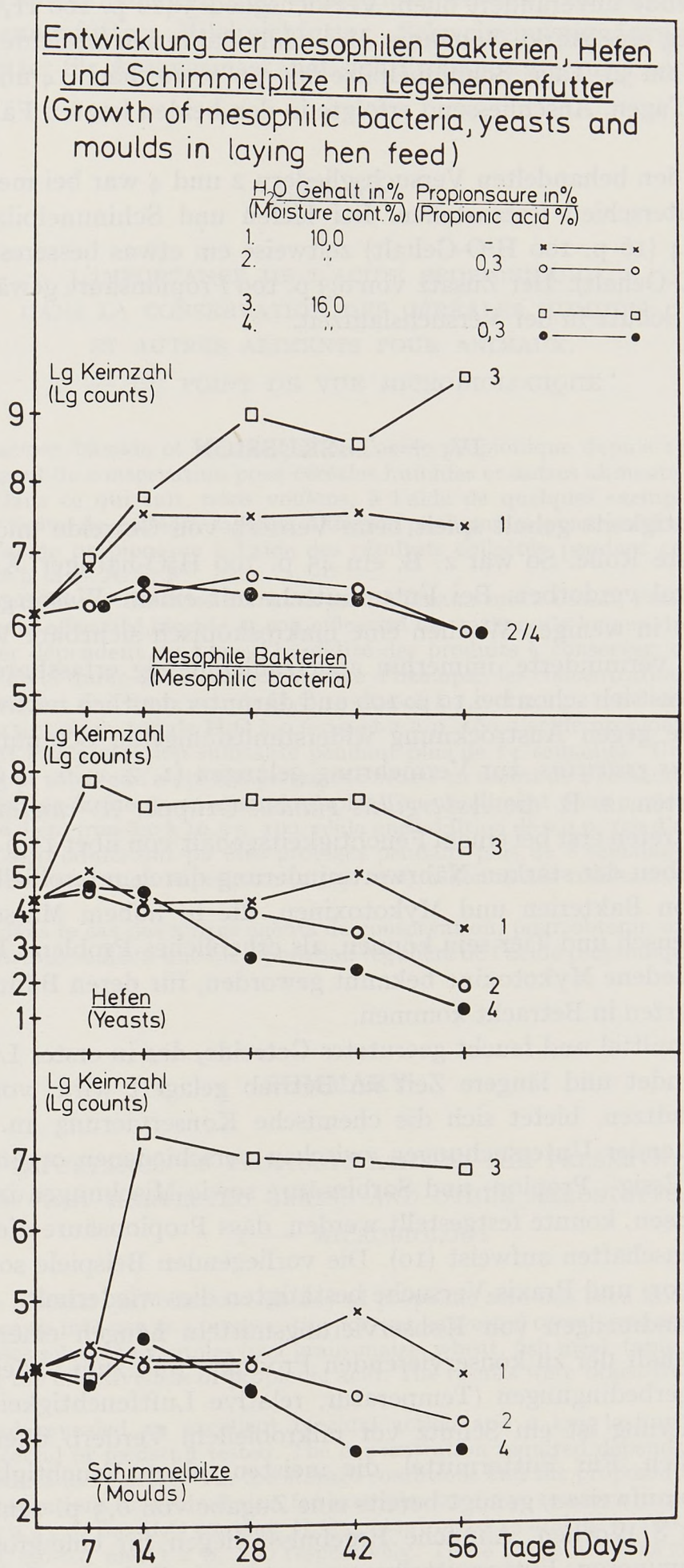

Entwicklung der mesophilen Bakterien, Hefen und Schimmelpilze in Legehennenfutter
(Growth of mesophilic bacteria, yeasts and moulds in laying hen feed)
H2O Gehalt in% (Moisture cont.%)
Propionsäure in% (Propionic acid %)
1. 10,0 –
2. " 0,3
3. 16,0 –
4. " 0,3
Lg Keimzahl (Lg counts)
Mesophile Bakterien (Mesophilic bacteria)
Hefen (Yeasts)
Schimmelpilze (Moulds)
7 14 28 42 56 Tage (Days)

Abb. 6

zum Versuchsende unverändert blieb. Versuchsglied 3 (16 p. 100 H_2O, unbehandelt) zeigte durchweg eine starke Zunahme. Mesophile Bakterien erreichten das Maximum mit $5{,}0 \times 10^9$ am 56. Tage, Schimmelpilze mit $3{,}0 \times 10^7$ nach 14 und Hefen mit $7{,}0 \times 10^7$ nach 7 Tagen. Anschliessend erfolgte in den beiden letzten Fällen ein geringer Rückgang.

Zwischen den behandelten Versuchsgliedern 2 und 4 war bei mesophilen Bakterien kaum Unterschied festzustellen. Bei Hefen und Schimmelpilzen lieferte das Versuchsglied 4 (16 p. 100 H^2O-Gehalt) zeitweise ein etwas besseres Ergebnis als 2 (10 p. 100 H_2O-Gehalt). Der Zusatz von 0,3 p. 100 Propionsäure gewährleistete einen ausreichenden Schutz in der Versuchslaufzeit.

IV. — DISKUSSION

Der Feuchtigkeits gehalt spielt beim Verderb von Getreide und Futtermitteln die wesentlichste Rolle. So war z. B. ein 45 p. 100 H_2O-haltiger Körnermais nach kurzer Zeit total verdorben. Bei Futtermitteln mit einem Wassergehalt von über 15 p. 100 trat in wenigen Wochen eine makroskopisch sichtbare Verschimmelung ein. Eine zwar verminderte, immerhin aber zahlenmässig erfassbare Mikroorganismentätigkeit liess sich schon bei 10 p. 100 und darunter deutlich nachweisen, wobei in erster Linie die gegen Austrocknung widerstandsfähigsten Schimmelpilzarten, wie z. B. *Aspergillus restrictus*, zur Vermehrung gelangen (1, 2, 4, 6, 7, 9). Die anderen Schimmelpilzarten, z. B. die *Aspergillus glaucus*-Gruppe, *A. candidus*, *Penicillien*, *Fusarien* u. a., treten erst bei einem Feuchtigkeitsgehalt von über 15 p. 100 in Erscheinung (1, 6). Neben der starken Nährwertminderung durch mikrobiellen Verderb gilt die Bildung von Bakterien und Mykotoxinen, die in hohem Masse gesundheitsschädlich für Mensch und Tier sein können, als erhebliches Problem. Inzwischen sind etwa 60 verschiedene Mykotoxine bekannt geworden, für deren Bildung 240 unterschiedliche Pilzarten in Betracht kommen.

Um Futtermittel und feucht geerntetes Getreide, das in erster Linie als Futtergetreide verwendet und längere Zeit im Betrieb gelagert wird, vor mikrobiellem Verderb zu schützen, bietet sich die chemische Konservierung an. Anhand einer Reihe vergleichender Untersuchungen zwischen verschiedenen organischen Säuren, wie Ameisen-, Essig-, Propion- und Sorbinsäure sowie Mischungen in unterschiedlichen Verhältnissen, konnte festgestellt werden, dass Propionsäure die besten konservierenden Eigenschaften aufweist (10). Die vorliegenden Beispiele sowie Ergebnisse zahlreicher Labor- und Praxis-Versuche bestätigten dies wiederholt.

Die Aufwandmengen von Konservierungsmitteln hängen einerseits von dem Feuchtigkeitsgehalt der zu konservierenden Produkte und zum anderen von Lagerdauer und Lagerbedingungen (Temperatur, relative Luftfeuchtigkeit u.a.) ab. Bei optimaler Dosierung ist ein Schutz vor mikrobiellem Verderb über einen langen Zeitraum möglich. Für Futtermittel, die meistens einen Feuchtigkeitsgehalt von unter 14 p. 100 aufweisen, genügt bereits eine Zugabe von 0,3 p. zent Propionsäure für mindestens 8 Wochen. Ähnliche Ergebnisse liegen für eine grosse Anzahl von Cerealien, Leguminosen, Futtermittelkomponenten wie Erdnuss-, Soja-, Baumwolle) und Raps-Extraktions-Schrot, Tapioka, Fischmehl, Weizenkleie, Biertreber etc.

vor. Auch zur Haltbarmachung von industriell hergestellten Mischfuttermitteln, wie z.B. Legehennenfutter, Milchviehfutter, Schweinemastergänzungsfutter und Schweinemischfutter für Anfangsmast, hat sich Propionsäure ausgezeichnet bewährt

RÉSUMÉ

L'IMPORTANCE DE L'ACIDE PROPIONIQUE DANS LA CONSERVATION DES CÉRÉALES HUMIDES ET AUTRES ALIMENTS POUR ANIMAUX. I. — DU POINT DE VUE MICROBIOLOGIQUE

On connaît l'action biocide et biostatique de l'acide propionique depuis 1938 ; l'emploi de cet acide comme agent de conservation pour céréales humides et autres aliments des animaux est toutefois récent. Dans ce qui suit, nous voulons, à l'aide de quelques exemples choisis (maïs-grain humide, blé, farine de poisson, tapioca, aliments pour poules pondeuses) expliquer l'action conservatrice de l'acide propionique à l'aide des résultats collectés pendant ces cinq dernières années lors d'essais à la B. A. S. F.

Sur toutes les céréales et tous les aliments pour animaux mis à l'essai, l'acide propionique a prouvé son excellente efficacité biocide et son efficacité biostatique de longue durée. Les concentrations à employer dépendent du taux d'humidité des produits à conserver, des conditions de stockage ainsi que de la durée de ce dernier. A titre d'exemple, les concentrations optimales pour un maïs-grain contenant 30 à 45 p. 100 de H_2O se situent à 1,0 et 2,0 p. 100 d'acide propionique ; pour un blé à 20, 25 et 30 p. 100 de H_2O à 0,6-0,9 et 1,2 p. 100 d'acide propionique. Ces concentrations permettent une protection suffisante pendant plus de 14 semaines. Un maïs-grain non traité contenant 45 p. 100 d'eau a été complètement avarié en moins de 4 semaines.

Pour conserver une farine de poisson, du tapioca ou un aliment pour poules pondeuses avec un taux d'humidité d'environ 8,0 à 16,5 p. 100, seule une addition de 0,3 p. 100 d'acide propionique a été nécessaire. Ces produits ont pu être protégés pendant plus de 8 semaines de toute avarie microbienne. Une concentration supérieure (0,5 p. 100) a donné des résultats comparativement meilleurs.

Tout comme dans le cas des autres agents de conservation, pour obtenir une efficacité optimale il est nécessaire de veiller à une incorporation régulière de l'acide propionique dans le produit à conserver.

SUMMARY

THE IMPORTANCE OF PROPIONIC ACID IN THE PRESERVATION OF WET HARVESTED GRAINS AND OTHER FEEDSTUFFS. I. — MICROBIOLOGY

Although the biocidal and biostatic efficacy of propionic acid has been known since 1938, it has only recently come into use as a preservative for wet harvested cereals and other feedstuffs. The following report uses selected examples (wet grain-maize, wheat, fish meal, tapioca, feed for laying hens) to illustrate the effectiveness of propionic acid. The results were taken from our trials over the past 5 years.

Propionic acid revealed an excellent biocidal action and a long lasting biostatic efficacy, regardless of the cereal or feedstuff tested. The concentration required depends on the moisture content of the product to be preserved, the storage conditions and the proposed length of storage. The optimal concentrations for grain maize, for example, are 1.0 p. 100 for a 30 p. 100 H_2O content and 2.0 p. 100 for a 45 p. 100 H_2O content. H_2O content of 20-25 and 30 p. 100 in wheat call for concentrations of 0.6-0.9 and 1.2 p. 100 respectively. These concentrations give protection for 14 weeks or more. Untreated grain-maize with à 45 p. 100 H_2O content, on the other hand, was destroyed completely within 4 weeks.

The preservation of fish meal, tapioca and feed for laying hens with a moisture content of between 8 and 16.5 p. 100 requires a concentration of only 0.3 p. 100. This gives protection for up to 8 weeks. Results improved when the concentration was increased to 0.5 p. 100.

For optimal efficacy, the propionic acid and any other preservatives used should be distributed evenly in the feedstuffs.

LITERATUR

Christensen C. M., Kaufmann H., 1969. *Grain storage. The role of fungi in quality loss.* University of Minnesota Press, Minneapolis, U. S. A.

Drescher N., Fink F., Jung J., Lang H., Singh-Verma S. B. und Wode E., 1970. Ein neues Verfahren zur Verbesserung der Lagereigenschaften von Mischfuttermittel. *Kraftfutter*, **53** (3), 108-114.

Hoffmann C., Schweitzer T. R. und Dalby G., 1938. *Improvements in process for inhibition of mould growth on foodstuffs and other organic materials susceptible thereto* (Patent der Fa. Ward Baking and Co) B. P. nº 488 560 and 488 561.

Huitson J. J., 1968. Cereals preservation with propionic acid process. *Biochemistry*, **3** (11), 31-32.

Reinders M. E., Van Bastelaere G. R., 1972. Propionsaure als Konservierungsmittel in palletiertem und nicht palletiertem Mischfutter. *Kraftfutter*, **55** (3), 122-127.

Schmidt H. L., 1968. Zur Mikrobiologie der Handelsfuttermittel Landwirtsch. *Forsch. Sonderheft*, **21** (II) 146-163.

Singh-Verma S. B., 1970. Über den Einsatz der Propionsäure zur Konservierung von industriell hergestellten Mischfuttermiteln sowie von feuchtem Getreide und Mais. *Zbl. Bakt.* (125), 100-111.

Singh-Verma S. B., 1970. Biocide und biostatische Wirkung der Propionsaure (Bericht Propionsäure-Symposium, Ludwigshafen/Rhein). *B. A. S. F.-Mitt. f. Landbau*, 27-37.

Singh-Verma S. B., 1971. Einsatz der Propionsäure zur Nachkonservierung von Getreide und körnermais sowie ihr Wirkungsmeachanismus. *Landwirtsch. Forsch. Sonderheft*, **26** (II).

Singh-Verma S. B., 1972. Wirkung verschiedener organischer Säuren in der Konservierung von Feuchtgetreide und Futtermitteln aus mikrobiologischer Sicht. Vortrag, V. D. L. U. F. A. in Mainz *Landwirtsch. Forsch. Sonderheft.*

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (4), 675-683.

TRIALS WITH PROPIONIC ACID AS A PRESERVATIVE FOR FODDER BARLEY

L. SOGN

Statens Kornforretning, Postboks 1367,
Vika, Oslo 1, (Norvège)

SUMMARY

Our high-moisture grain storage experiments were started in september 1970, and have thus progressed through two periods.

In the first period, we tried three different concentrations of the acids (0.5 ; 0.8 ; 1.2 p. 100) Luprosil (german) and Propcorn (english) and 1 p. 100 concentration of formic acid. All tests have been made with larger quantities of grain, 2.5 tons each lot. The grain was used for feeding trials with pigs after the storage period was finished.

In the second period, two different concentrations only (0.5 and 1 p. 100 of Luprosil) were used.

For both periods, the temperature was registered continuously throughout the whole storage period. For both trials, the storage was finished by mid summer, the grain was ground on a hammer mill and used in feeding trials immediately.

The analytical figures are as follows. The different acid amounts mentioned all prevented mold growth completely. As regards germination, both chemicals and all amounts tried killed the seed immediately. We were also surprised to observe the fast acidity increase in treated grain. In our trials, an increase from 25 to 100 was found over a period of 4 weeks.

The figures for reducing sugar were higher, and those for non-reducing sugar lower for the treated lots compaired with the untreated ones.

In the controlled feeding trials with pigs, no significant differences have been found in the intake of propionic acid treated grain compared to untreated dry grain. The average grain per animal per day was the same for the acid treated grain as for the untreated dry grain.

INTRODUCTION

Grain in Scandinavia must often be harvested with a moisture content of 25 p. 100 or higher, *i. e.* in a state requiring rapid drying. Due to limited drying capacity, such high moisture grain quite frequently has to be stored for some time before drying can take place. This may in turn start deteriorative processes of

different kinds in the grain. All these deteriorative changes lower the value of cereal grain for both milling, processing and its use for fodder. Hence, an understanding of the scientific principles of grain storage as well as the practical utilization of them are of great economic importance.

The Research Department of the Norwegian Grain Corporation has, for some time, worked on alternative methods for storing moist grain, which could serve as a substitute, or a supplement, to the conventional air-drying methods. Among these alternatives were : cooling of grain, or chilling technique, airtight-storing in butyl-rubber silos and formic acid conservation in concrete bins. However, none of the methods mentioned proved to be satisfactory in terms of effectiveness, grain quality or practical use.

MATERIALS AND METHODS

In september 1970, a new project on high-moisture grain storage with addition of propionic acid was started at our experimental farm.

The principles on which the propionic acid conservation method is based are described in papers of HUITSON (1968) and RINTELEN (1969) and in BASF-*Mitteilungen für den Landbau*, december 1970.

Propionic acid is a liquid organic acid with the formula CH_3-CH_2-COOH. It inhibits the development of a wide range of micro-organisms including those responsible for the spoilage of many food stuffs and agricultural products. The particular value of propionic acid as a preservative stems from its low level of toxicity for both humans and animals, it being in fact a normal component of the digestive tract of ruminants.

Our first experiment (1970) investigated grain treated with three different concentrations of propionic acid (0.3, 0.6 and 1.2 p. 100) in comparison with grain lots treated with 1.0 p. 100 of formic acid and a lot of non-treated grain. All our trials were run on large quantities of grain, 2.5 tons in each lot.

In the second trial in 1971, only two concentrations of propionic acid (0.6 and 1.2 p. 100) were used.

In the first trial, the moisture content of the grain varied from 23.0 to 32.0 p. 100, in the second trial from 22.0 to 25.0 p. 100. In both cases, the grain was combine-harvested at full-ripeness, but even at this stage of ripeness the frequency of green, immature kernels was quite high, especially in 1970. The different grain lots were stored in wooden boxes throughout the experimental period. In both experiments, the propionic acid was added as a spray by a special applicator as the grain entered an auger. Use is thereby made of the mixing action of the auger to ensure thorough distribution of the relatively small volume of preservative throughout the grain.

As the temperature is a good indicator of the grain condition, temperature-recorders were placed at different levels in each grain box, and the temperatures were recorded continuously throughout the storage period.

Grain samples of each grain lot were taken at regular intervals for control of the grain quality.

RESULTS

Figure 1 shows the temperature curves during the first 18 weeks of the storage period with the different treatments.

As will be seen from the curves, the temperature in the untreated grain lot rose very rapidly to about 65°C, indicating spontaneous heating in the grain. In the box where the grain was treated with 1.0 p. 100 formic acid, the temperature remained at a normal level for about two weeks, and then rose to the same level as the untreated grain. Formic acid seems thus to have some preservative effect on the grain, at least for a couple of weeks.

In the three other boxes, where the grain was treated with 0.3, 0.6 and 1.2 p. 100 propionic acid respectively, the temperature figures were all normal until 14-16 weeks after filling, when a noticeable temperature rise took place in the grain boxes which had been treated with the lowest propionic acid concentration. In the remaining grain-boxes, treated with 0.6 and 1.2 p. 100 propionic acid, the temperatures remained at a normal level until the experiment was finished at mid-summer.

Germination tests 10 days after filling showed that viability was lost almost completely in all grain lots which were treated with propionic acid. The formic acid and the untreated grain lots had a smaller reduction in viability at the first test, followed by complete loss of viability later probably due to the high temperature in the grain.

The grain lots were also examined for mould infection after 4 weeks of storage. The propionic acid-treated grain had no detectable mould growth at this stage. The grain showed a normal good colour, fresh acid odour and no tendency to clumping.

In contrast to this, the formic acid and the non-treated grain lots already at this stage had a severe mould development. The grain lots were almost completely covered with mycelia, and the grain was found to be more or less in clumps on account of the intensive development of the mould.

In studing the mycoflora, we cooperated with the Plant Pathology Department at the Agricultural College of Norway. The most predominating species were found to be *Fusarium* sp., *Aspergillus* sp., *Penicillium* sp. and to some extent *Mucor* sp. At this stage, no bacterial contamination was observed in the grain. Already at 4-6 weeks of storage, the grain quality in these boxes (formic acid and untreated) was so badly affected that the grain was not acceptable as animal fodder.

After 12-14 weeks of storage, a slow temperature-rise started in the grain boxes where the lowest (0.3 p. 100) propionic acid concentration was used. Another examination for mould infection revealed a rather severe contamination of fungi. The dominating species were *Aspergillus* sp. and *Penicillium* sp. No mucor and bacteria were identified at this examination.

The grain boxes where the highest acid concentration was used remained free of mould infection throughtout the storage period.

The quality examination results are recorded in table 1. As no significant differences were found between the various arrays, the data were pooled in the same table.

The quality figures for the 1971 trials were in good agreement with the 1970 data.

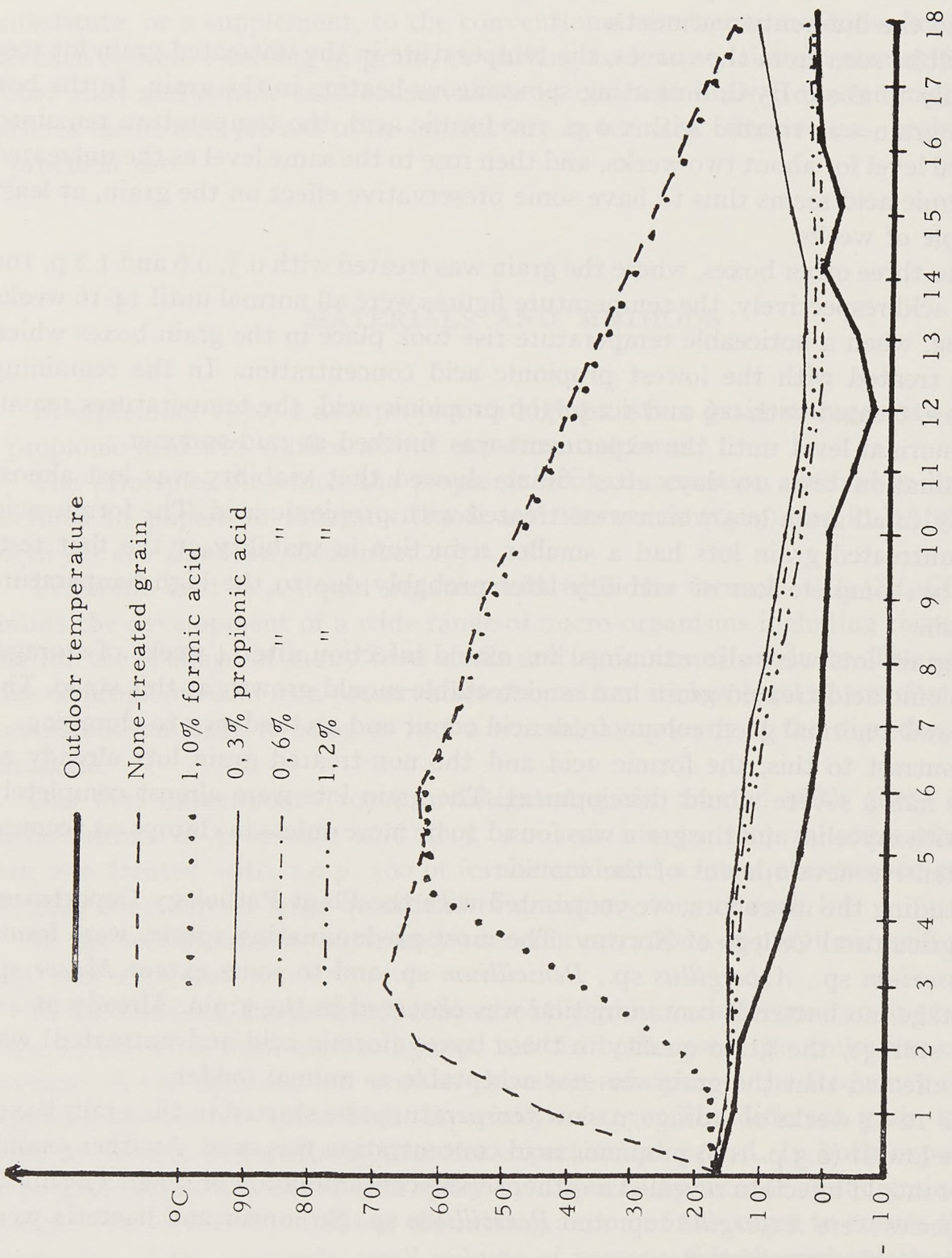


FIG. 1. — *Temperature records during storage*

TABLE I

Data obtained in the quality examination of the stored grain. All figures are given in g/100 g dry matter

Sample nº	1	2	3	4	5
pH	4.7	4.7	4.7	6.3	6.2
Reducing sugars	1.02	1.73	2.35	0.72	0.44
Non-reducing sugars	0.33	0.26	0.00	0.26	0.01
Propionic acid	0.51	1.28	0.69	0.00	0.00
Acetic acid	0.09	0.05	0.19	0.03	0.04
Lactic acid	0.13	0.12	0.11	0.14	0.13
Free fatty acids	60	102	70	25	33

Sample nº { 1 : 0.3 p. 100 propionic acid ; 2 : 0.6 p. 100 — — ; 3 : 1.2 p. 100 — — ; 4 : No treatment ; 5 : 1.0 p. 100 formic acid.

TABLE 2

Feeding trials (pigs)

	Propionic acid-treated barley	Control untreated barley
1971 Trial		
Number of animals at start	23	23
Number of animals at finish	22	22
Average initial weight (kg)	24.3	24.6
Average final weight (kg)	94.9	93.3
Average slaughter weight (kg)	66.3	64.8
Average gain per animal g/day	*617*	*587*
Feed utilization		
Kg dry feed/kg weight gain	*2.49*	*2.64*
1972 Trial. Preliminary results		
Daily weight gain in grams (1st period)	535	549
Daily weight gain in grams (2nd period)	767	738
Daily weight gain (average)	*642*	*636*

No changes in the protein content data were observed during the storage period. The same holds true for the water content of the grain.

Feeding trials

The propionic acid-treated barley was fed to pigs for 6 months in controlled feeding trials conducted on the experimental farm, Staur, in 1971 and 1972.

Pigs fed with untreated grain were used as controls for a period of 6 months. The animals were weighed monthly and food consumption recorded. The results are tabulated in table 2.

The first trial shows a slightly lower daily weight gain and a higher feed consumption for the group fed with propionic acid-treated barley compared with the control group.

The last trial gave no significant differences between treated and untreated barley in terms of daily weight gain and feed utilization for pigs.

No palatability problems were observed in these experiments.

DISCUSSION

The object of these investigations was to study the preservative effect of propionic acid and the possibility of treatment being a practical proposition for damp grain storage on norwegian farms.

Our results show that propionic acid has a preservative effect when applied to damp grain at sufficiently high concentrations. The lowest concentration tried, 0.3 p. 100, seems to be efficient for only short time storage (3 months) even for a moderate water content in the grain. This corresponds to the findings in Denmark (Dahl, 1970), Sweden (Ekstrom, 1971) and Germany (Fink und Heintze, 1970).

For safe long-time storage (3-10 months) of grain with a moisture content from 24 to 32 p. 100, an application concentration of 1.0, 1.2 p. 100 seems to be necessary under norwegian conditions. Because microbiological activity at this level was completely inhibited, treated grain remained free flowing and in good condition until the end of the storage period. However, the use of slightly higher levels of propionic acid than are needed for mould control appears to increase fat acidity values. This is confirmed by findings in american experiments with chemicals as mould inhibitors (Sauer, 1970). In general, increases in fat acidity are associated with quality loss in grain.

As regards germination, the propionic acid levels investigated killed the seeds. Treated grain would, therefore, be useful only as animal feed. Seed grain and barley for malting should not be treated since germination is prevented. Grain for human consumption should not, in general, be treated either, as the use of propionic acid is only permitted in a very limited range of human foodstuffs. In our experiments, however, the utilization of the treated barley and the growth rates of the pigs were a little lower than with untreated grain. *Post mortem* examinations of the animals revealed no adverse effects of the treated grain.

CONCLUSION

The propionic acid-method for preserving damp grain may be suitable for practical use in Norway as a supplement to the conventional air-drying method.

However, grain-drying capacity in Norway is, in normal years, sufficiently high to cope with all grain types including fodder grain. In difficult years, with very damp conditions during harvest, the method may be a useful supplement. The acid

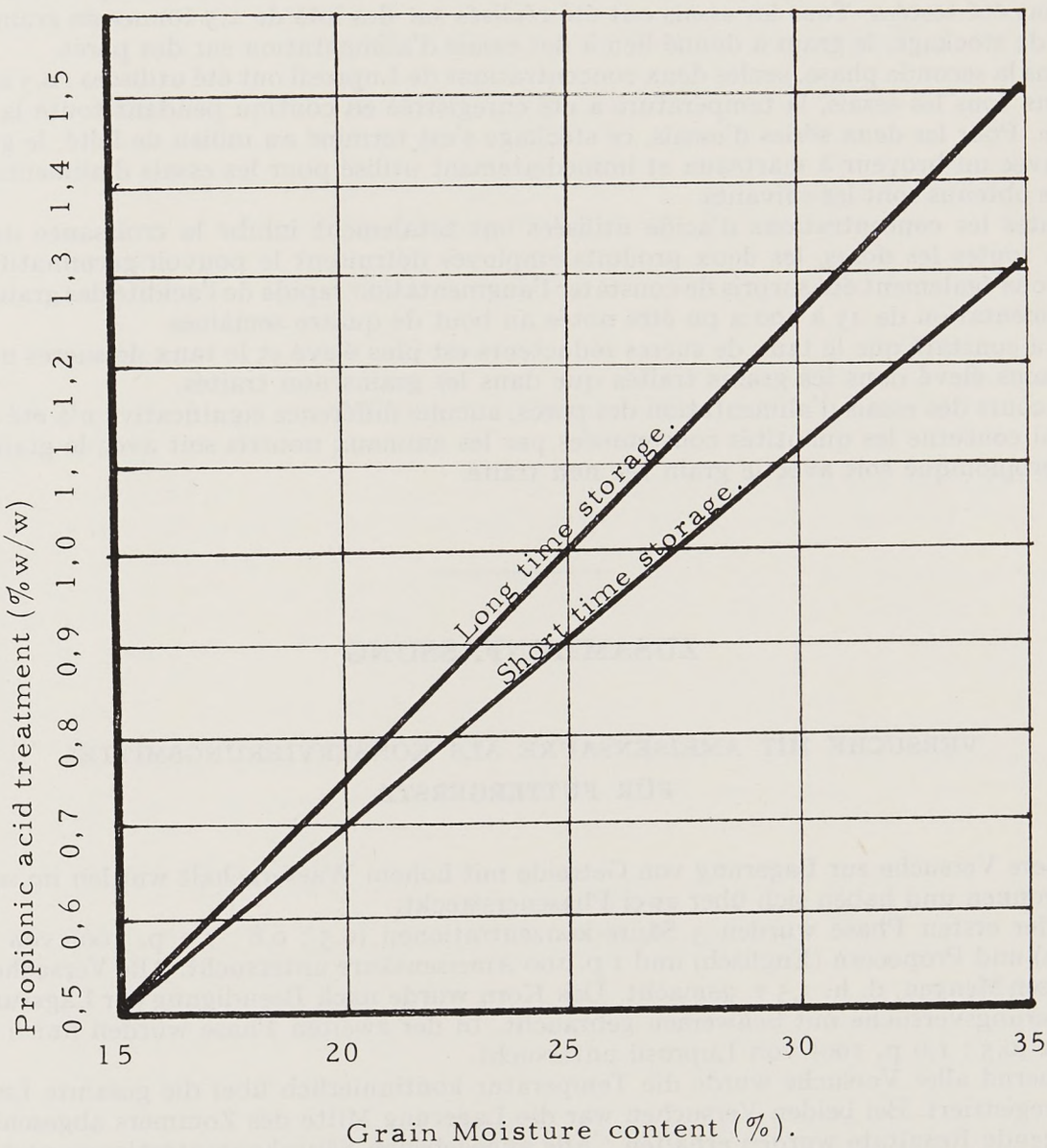


FIG. 2. — *Suggested propionic acid treatment of grain with various moisture contents*

application has to be done carefully and evenly, every kernel should be coated with a propionic acid film. For securing a good spray, a rather expensive applicator is needed on the farms, and this will, in many cases, be too costly for the small farm units in Norway.

Based on experience in Norway and other countries, the guide shown in figure 2 is suggested for propionic acid-treatment.

RÉSUMÉ

ESSAIS D'UTILISATION DE L'ACIDE PROPIONIQUE COMME AGENT DE CONSERVATION DE L'ORGE DESTINÉE A L'ALIMENTATION ANIMALE

Nos expériences sur le stockage des grains humides ont commencé en septembre 1970 et se sont déroulées suivant deux phases.

Au cours de la première phase, trois concentrations différentes (0,5 ; 0,8 ; 1 p. 100) des acides Luprosil (Allemagne) et Propcorn (Grande Bretagne) et une concentration de 1 p. 100 d'acide formique ont été testées. Tous les essais ont été réalisés sur des lots de 2,5 tonnes de grain. Après la période de stockage, le grain a donné lieu à des essais d'alimentation sur des porcs.

Dans la seconde phase, seules deux concentrations de Luprosil ont été utilisées : 0,5 et 1 p. 100.

Dans tous les essais, la température a été enregistrée en continu pendant toute la durée du stockage. Pour les deux séries d'essais, ce stockage s'est terminé au milieu de l'été, le grain a été moulu avec un broyeur à marteaux et immédiatement utilisé pour les essais d'alimentation. Les résultats obtenus sont les suivants.

Toutes les concentrations d'acide utilisées ont totalement inhibé la croissance des moisissures. A toutes les doses, les deux produits employés détruisent le pouvoir germinatif du grain. Nous avons également été surpris de constater l'augmentation rapide de l'acidité des grains traités; une augmentation de 25 à 100 a pu être notée au bout de quatre semaines.

On a constaté que le taux de sucres réducteurs est plus élevé et le taux de sucres non réducteurs moins élevé dans les grains traités que dans les grains non traités.

Au cours des essais d'alimentation des porcs, aucune différence significative n'a été constatée en ce qui concerne les quantités consommées par les animaux nourris soit avec le grain traité à l'acide propionique soit avec le grain sec non traité.

ZUSAMMENFASSUNG

VERSUCHE MIT AMEISENSÄURE ALS KONSERVIERUNGSMITTEL FÜR FUTTERGERSTE

Unsere Versuche zur Lagerung von Getreide mit hohem Wassergehalt wurden im september 1970 begonnen und haben sich über zwei Phasenerstreckt.

In der ersten Phase wurden 3 Säure-konzentrationen (0,5 ; 0,8 ; 1,2 p. 100) von Luprosil (Deutsch) und Propocorn (Englisch) und 1 p. 100 Ameisensäure untersucht. Alle Versuche wurden mit grossen Mengen, d. h. 2,5 t. gemacht. Das Korn wurde nach Beendigung der Lagerungsdauer für Futterungsversuche mit Schweinen gebraucht. In der zweiten Phase wurden nur 2 Konzentrationen (0,5 ; 1,0 p. 100) von Luprosil untersucht.

Währernd aller Versuche wurde die Temperatur kontinuierlich über die gesamte Lagerungsperiode registriert. Bei beiden Versuchen war die Lagerung Mitte des Zommers abgeschlossen.

Folgende Resultate wurden erhalten : Alle angegebenen Säurekonzentrationen verhinderten vollständig den Schimmelwachstum. Beide Säuren und zwar bei allen Konzentrationen zerstören sofort die Keimfähigkeit. Es war ausserdem überraschend festzustellen wie schnell der Säuregrad der behandelten Körner zunahm. Bei den Verscuhen wurde über einen Zeitraum von 4 Wochen ein Anstieg von 25 auf 100 festgestellt. Der Gehalt an reduzierenden Zuckern war höher und die nicht reduzierenden Zucker nahmen in den behandelten Partien im Vergleich zu den unbahandelten ab.

In den Fütterungsversuchen mit Schweinen wurden keine signifikanten Unterschiede im Verzehr der mit Propionsäure behandelten Körner festgestellt. Die durchschnittliche Gewichtszunahme pro Tier und pro Tag war dieselbe für behandeltes und unbehandeltes Korn.

REFERENCES

DAHL B., 1970. Propionsyre-konservering af foderkorn. *Ugeskrift for Agronomer*, (31), 616-620.

EKSTRØM N., 1971. Spannmålskonservering med syror. *Sädd och Skörd*, (6), 220-234.

FINK F., HEINTZE R., 1970. Getreidekonservierung mit Propionsäure. *Sonderdruck aus Ernährungsdienst*, (34).

HUITSON J. J., 1968. Cereals preservation with propionic acid. *Process Biochemistry*, November.

RINTELEN P. von, 1969. *Die Beurteilung der Propionsäure-Anwendung aus betriebswirtschaftlicher Sicht bei Getreide und Körnermais*, Sonderdruck, Institut für Wirtschaftslehre des Landbaues, Weihenstephan.

SAUER D. B., 1970. (Personal communication.)

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (4), 685-694.

DIE BEDEUTUNG DER PROPIONSÄURE IN DER KONSERVIERUNG VON FEUCHTGETREIDE UND ANDEREN FUTTERMITTELN

II. — Aus ernahrungsphysiologischer sicht

R. WITTING

B. A. S. F., Landwirtschaftliche Versuchsstation Limburgerhof
6703 Limburgerhof/Pfalz (R. F. A.)

ZUSAMMENFASSUNG

Bei der chemischen Konservierung von erntefeuchtem Futtergetreide werden dem einzulagernden Gut in Abhängigkeit vom Wassergehalt und von der Lagerungsdauer Propionsäure bis 2,45 Gewichtsprozente zugesetzt.

Wie aus zahlreichen Versuchen hervorgeht, wirkt sich der saure Geschmack und der stechende Geruch der Propionsäure nicht negativ auf die Futteraufnahme bei Schweinen, Rindern und Geflügel aus. Verschiedene Versuchsansteller berichten, dass der mit hohen Anteilen Propionsäure konservierte Feuchtmais vermutlich auf grund der weicheren Konsistenz der Körner von Schweinen schneller gefressen wird als die getrocknete Vergleichsware.

Die landwirtschaftlichen Nutztieren tolerieren relativ hohe Anteile organischer Säuren in der Ration. So vertrugen Schweine ein zu je 40 p. 300 aus Propion- und Essigsäure und zu 20 p. 100 aus Buttersäure bestehendes Säuregemisch denn noch gut, wenn es zu 8 p. 100 in der Ration enthalten war. Rinder vertrugen einen Propionsäuregehalt von 4 p. 100 im Futter sehr gut, ohne mit Leistungseinbussen zu reagieren.

Im Schrifttum liegen verschiedene Untersuchungen über die Verdaulichkeit von Trocken — und Feuchtmais, behandelt mit Propionsäure, vor. Diesen bisher durchgeführten Versuchen ist übereinstimmend zu entnehmen, dass mit Propionsäure konservierter Feuchtmais von Schweinen besser verdaut wird als getrockneter Mais.

In zahlreichen Untersuchungen wurden Schweine und Rinder vergleichend mit Trockenmais und mit Propionsäure konserviertem Feuchtmaïs auf Basis gleicher Maistrockensubstanzmengen gemästet. Dabei erzielten in fast allen Fällen die Tiere, die statt der getrockneten Ware den behandelten Feuchtmais erhielten, höhere Zunahmen und eine bessere Futterverwertung in der Grössenordnung von 5-7 p. 100. In keiner Untersuchung bewirkte die Verfütterung von Feucht — gegenüber Trockenmais Minderzunahmen oder eine schlechtere Futterverwertung.

Die Propionsäure wird seit einigen Jahren in der Konservierung von Feuchtgetreide eingesetzt. Da das so konservierte Gut ausschliesslich an landwirtschaftliche Nutztiere verfüttert wird, stellt sich die Frage nach dem Wert der Propionsäure in der Tierernährung.

Die auf synthetischem Wege hergestellte Propionsäure ist als Stoffwechselprodukt bei Mensch und Tier bekannt. In reiner Form ist sie eine relativ stark ätzende, stechend riechende und sauer schmeckende Flüssigkeit. Schon aufgrund dieser Eigenschaften kann sie nicht in unbegrenzter Menge den Futterrationen zugegeben werden, da die Gefahr besteht, dass die Tiere das Futter verweigern und z. a. direkt geschädigt werden.

In der Langzeitkonservierung von Feuchtgetreide mit hohem Wassergehalt ist maximal ein Zusatz von 2,45 Gewichtsprozenten erforderlich. In zahlreichen Versuchen wurde in den letzten Jahren der Frage nachgegangen, wie die Propionsäure in dieser Dosierung von den Tieren vertragen, verdaut und verwertet wird.

Nach der Verfütterung wird die dem Feuchtgetreide anhaftende Propionsäure hauptsächlich im Dünndarmbereich und wahrscheinlich auch schon im Magenbereich resorbiert. Diesen Schluss lassen Untersuchungen von Friend, Cunningham und Nicholson, (1963) zu. Die Autoren konnten wohl im Magen aber nicht mehr im Dünndarm Propionsäure nachweisen. Menke (1971) fand bei Schweinen, die über die Ration hohe Anteile an konserviertem Feuchtmais erhielten, weder im Harn noch im Kot Propionsäure.

Im Intermediärstoffwechsel wird die Propionsäure durch Carboxylierung in das Methyl-malonyl-Co A überführt und anschliessend durch Isomerisierung in das Succinyl-Co A umgewandelt. Über diese Verbindung gewinnt die Propionsäure Anschluss an den Zitronensäurezyklus und steht zur Energiegewinnung zur Verfügung.

Der Bruttoenergiegehalt der Propionsäure wird mit 4,957 cal pro g angegeben. Da jedoch nur der Anteil des Energiegehaltes interessiert, der auch tatsächlich vom Tier verwertet wird, ist dieser Wert für die Tierernährung wenig aussagekräftig. Benötigt wird deshalb der STW, der Gehalt an GN und UE oder KUE. Aufgrund von methodischen Schwierigkeiten, die mit der Ermittlung dieser Grössen bei diesem Produkt zusammenhängen, wurden diese Werte bisher nicht bestimmt. Aufgrund des bekannten Verwertungsganges (s. o.) kann man aber schliessen, dass die Propionsäure wie von Wiederkäuern auch von Schweinen energetisch genutzt wird.

I. — VERTRÄGLICHKEIT

Wie verschiedene Untersuchungen und die Ergebnisse in der Praxis zeigten, wird ein Zusatz an Propionsäure von etwa 2 — 2 1/2 p. 100 von den Schweinen sehr gut vertragen. Das geht übereinstimmend aus Untersuchungen Von Pieper (1971) und Wienefeld (1971) hervor. Sie berichten, dass der mit Propionsäure konservierte Feuchtmais von Schweinen gerne gefressen wird und « ein ausgezeichnetes Mastfutter » (Pieper, 1971) darstellt.

Auch Grummer (1972) konnte diese Erfahrungen bestätigen. Er teilte mit, dass die Fresszeiten bei den Tieren, deren Rationen in der Anfangsmast zu 30 bzw. 50 p. 100 und in der Endmast zu 40 bzw. 60 p. 100 aus Feuchtmais bestanden, im allgemeinen kürzer waren als bei den Kontrolltieren, die einen gleichhohen Anteil an Maistrockensubstanz aus Trockenmais mit der Ration erhielten.

Splittgerber, Wein und Arhelger (1971) sammelten Erfahrungen mit der Verfütterung von mit Propionsäure konserviertem Feuchtmais. Die in den Versuchen

eingesetzten Legehennen nahmen die Ration willig auf, die zu 59,10 p. 100 aus Feuchtmais konserviert mit 1,69 p. 100 Propionsäure — bestand. Die Autoren berichten, dass der Übergang von einem handelsüblichen Alleinfutter zur Ration mit Feuchtmais schlagartig erfolgte, ohne dass sich Störungen bei den Tieren in der Fresslust bemerkbar machten. In einer weiteren Untersuchung konnten SPLITTGERBER, ARHELGER und NEUPERT (1972) nachweisen, dass Mastküken das ihnen angebotene Alleinfutter sogar lieber nahmen, wenn es einen Propionsäuregehalt von 0,3 und 0,9. p. 100 besass. Die Ergebnisse dieses Teilversuches werden in Tabelle 1 wiedergegeben.

TABELLE 1

Einfluss einer Propionsäurebehandlung von pelletiertem Mastfutter auf Futteraufnahme —verwertung und Zunahme von Mastküken

(nach SPLITTGERBER, ARHELGER und NEUPERT, 1972)

Futter	Tierzahl	Durchschnittliches Endgewicht je Tier in kg	Zunahme je Tier in kg	Futterverbrauch (kg)	
				a) je Tier	*b*) je ke Zunahme
M_0 ; Mastfutter ohne Propionsäure	493	1,645	1,607	3,094	1,925
M_3 ; Mastfutter + 0,3 % Propionsäure	493	1,667	1,629	3,165	1,943
M_9 ; Mastfutter + 0,9 % Propionsäure	495	1,701	1,662	3,202	1,926
O_0 ; Mastfutter ohne Propionsäure	490	1,642	1,604	3,161	1,971
O_3 ; Mastfutter + 0,3 % Propionsäure	489	1,672	1,634	3,209	1,964
O_9 ; Mastfutter + 0,9 % Propionsaure	489	1,700	1,662	3,243	1,952

Die Mastfutter M_0, M_3 und M_9 enthielten Virginiamycin.
Die Mastfutter O_0, O_3 und O_9 enthielten Chlortetracyclin-HCl.

Wie dort zu ersehen ist, nahm die Verzehrleistung der Broiler in Abhängigkeit vom Propionsäuregehalt des Futters in beiden Versuchsreihen zu. Gleichzeitig verbesserten sich die Gewichtszunahme und in der O-Versuchsreihe die Futterverwertung signifikant.

SALAUN und BITEAU (1970) STEINMEYER (1972), konnten nachweisen, dass auch Wiederkäuer das mit Propionsäure konservierte Feuchtgetreide sehr gerne fressen.

Schweine sind gegenüber den in der Ration enthaltenen organischen Säuren sehr tolerant. Das geht aus Untersuchungen von BOWLAND *et al.* (1971) hervor, die an Mastschweine eine Diät mit 8 p. 100 eines Säuregemisches, das zu je 40 p. 100 aus Essig-und Propionsäure und zu 20 p. 100 aus Buttersäure bestand, verfütterten. Es zeigte sich, dass diese hohe Säurekonzentration ohne nachteiligen Einfluss

auf die Mastleistung war ; es traten auch keine gesundheitliche Störungen auf. Erst die Erhöhung des Säureanteiles auf 12 p. 100 in der Ration brachte eine verschlechterung der Mastleistung.

Nach Fütterungsversuchen von GRAHAM und RICE (1955) vertrugen Ratten eine Diät mit 5 p. 100 Natriumpropionat noch sehr gut. In der Gewichtszunahme und Futterverwertung fielen diese Tiere jedoch gegenüber Vergleichstieren, deren Ration kein Natriumpropionat enthielt, um ca. 20 p. 100 zurück. Dieser Abfall kann auch auf die hohe Natriumzufuhr zurückgeführt werden.

Zusammenfassend kann gesagt werden, dass der saure Geschmack und der stechende Geruch der Propionsäure, wenn sie in der Ration in Anteilen von sogar mehreren Prozenten enthalten ist, die Futteraufnahme nicht negativ beeinflusst.

II. — VERDAULICHKEIT

Es liegen zahlreiche Untersuchungen über der verdaulichen Nährstoffgehalt von Mais vor. In den Tabellen der DEUTSCHEN LANDWITSCHAFTS-GESELLSCHAFT (1970) werden « Körnermais, natürlich getrocknet », « Maiskörner, frisch, in der Teigreife » und « Maiskörner, natürlich getrocknet » aufgeführt.

Wie den Werten aus Tabelle 2 entnommen werden kann, wird der künstlich getrocknete Mais am schlechtesten verdaut.

TABELLE 2

Verdaulichkeitswerte von Mais

Rohnährstoffe	Mais, Körner (1), frisch	Mais, Körner (1), künxtlich getrocknet	Mais, Körner (1), natürlich getrocknet
Organ. Substanz	86	85	90
Rohprotein	77	71	80
Rohfett	62	47	71
Rohfaser	55	50	39
NFE	90	91	93

(1) Entnommen : Futterwerttabelle für Schweine der DEUTSCHEN LANDWIRTSCHATS-GESELLSCHAFT, 4. Auflage (1970).

Es interessierte nun, wie die Nährstoffe von mit Propionsäure konserviertem Feuchtmais verdaut werden. Diese Frage wurde von insgesamt drei Versuchsanstellern bearbeitet. In den Versuchen kam jeweils Mais zum Einsatz, der von einem Feld stammte. Nach dem Drusch wurde die eine Hälfte der Maiskörner getrocknet und die andere Hälfte mit Propionsäure konserviert. Hiermit wurde erreicht, dass keine unterschiedlichen Maisqualitäten und-sorten Einfluss nahmen auf die Verdaulichkeitswerte.

Wie die in Tabelle 3 wiedergegebenen Werte besagen, kann der chemisch behandelte Feuchtmais von den Schweinen besser verdaut werden als die getrocknete Ware. Das geht besonders eindrucksvoll aus den Versuchsergebnissen von MENKE (1972) hervor. Vom getrockneten Mais wird lediglich die Rohfettfraktion besser ausgenutzt. Trotzdem besitzt der Feuchtmais — bezogen auf Maistrockensubstanz — einen um etwa 2—3 p. 100 höheren Energiewert als der Trockenmais.

TABELLE 3

Verdaulichkeitswerte von Feucht- und Trockenmais

Rohnährstoff	Verdaulichkeit in p. 100 nach			Durchschnittliche Verdaulichkeit
	JAMBRICH (1971)	GUNTHER (1972 *a*)	MENKE (1972)	
Organ. Sbst. :				
a) Feuchtmais	90,1	90,4	92,9	91,1
b) Trockenmais	88,6	89,7	89,1	89,1
Rohprotein :				
a) Feuchtmais	83,3	87,9	88,7	86,6
b) Trockenmais	81,9	80,1	82,8	81,6
Rohfett :				
a) Feuchtmais	80,2	69,2	76,0	75,1
b) Trockenmais	84,9	71,1	83,7	79,9
Rohfaser				
a) Feuchtmais	52,8	31,0	55,9	46,6
b) Trockenmais	35,0	37,1	27,7	33,3
NFE				
a) Feuchtmais	93,1	93,1	95,5	93,9
b) Trockenmais	91,6	93,2	92,4	92,4

GÜNTHER (1972 *b*) ging in umfangreichen Untersuchungen der Frage nach, wie Rationen von Schweinen verdaut werden, die zu hohem Anteil aus Feucht — oder Trockenmais bestehen. In seinen Versuchen erhielten alle während der gesamten Mastzeit gleichbleibend 1 kg Beifutter. Als energiereiche Zulage bekamen die Schweine der Kontrollgruppe mit dem Lebendgewicht ansteigende Mengen an Trockenmais und die Tiere der Versuchsgruppe — berechnet auf Maistrockensubstanz — dei entsprechenden Mengen an Feuchtmais.

Der in diesen Versuchen eingesetzte Körnermais stammte von einer Versuchsparzelle der Landwirtschaftlichen Versuchsstation der B. A. S. F., Limburgerhof. Auch in diesen Versuchen wurde nach dem Drusch die eine Hälfte des Erntegutes im feuchten Zustand mit Propionsäure konserviert und die andere Hälfte in der firmeneigenen Trocknungsanlage für Saatgut der B. A. S. F. sehr schonend getrocknet.

Nach Untersuchungen von BRÜGGEMANN und ERBERSDOBLER (1972) lagen die

Lysingehalte in üblicher Höhe wie sie bei schonend getrocknetem Mais erwartet werden können. Ein Verlust war während der Herstellung oder Lagerung sowohl bei dem getrockneten als auch bei dem mit Propionsäure konservierten Mais nicht eingetreten.

Mit jeweils 2 Schweinen wurde die scheinbare Verdaulichkeit der Gesamtration im Gewichtsabschnitt der Tiere von 32-40 und von 90-100 kg bestimmt. Die Ergebnisse dieser Untersuchung sind in Tabelle 4 aufgeführt.

TABELLE 4

Verdaulichkeitsbeztimmung bei Schweinen

(nach GÜNTHER, 1972 *b*)

I. *Hauptversuch* ; *Gewichtsabschnitt* : *32-40 kg*

Rohnährstoffe	Scheinbare Verdaulichkeit der Rohnährstoffe (Gesamtration) in p. 100 der Aufnahme :	
	Gruppe 1 (1 kg Beifutter ; 0,75 kg Trockenmais)	Gruppe 2 (1 kg Beifutter ; 0,96 kg Feuchtmais)
organische Substanz	80,20	81,60
Rohprotein	78,12	80,49
Rohfett	70,57	80,82
Rohfaser	11,89	22,48
NFE	85,91	86,27

II. *Hauptversuchi Gewichtsabschnitt : 90-100 kg*

Rohnährstoffe	Scheinbare Verdaulichkeit der Rohnährstoffe (Gesamtration) in p. 100 der Aufnahme :	
	Gruppe 1 (1 kg Beifutter ; 2,05 kg Trockenmais)	Gruppe 2 (1 kg Beifutter ; 2,63 kg Feuchtmais)
organische Substanz	84,25	85,44
Rohprotein	81,70	82,99
Rohfett	80,21	79,61
Rohfaser	18,00	31,84
NFE	88,36	89,26

Aus den Ergebnissen geht hervor, dass die Rohnährstoffe von den älteren Schweinen (Hauptversuch II) besser verdaut wurden als von den jüngeren Tieren (Hauptversuch I). Das traf vor allem für die Rohfaserfraktion, deren Verdaulichkeit um nahezu 50 p. 100 anstieg, zu. Die Unterschiede in der Verdaulichkeit der Rohnährstoffe zwischen der Ration mit Trockenund Feuchtmais lagen in der Grössenordnung

von wenigen Prozent zugunsten der Ration, die zu hohen Anteilen den mit Propionsäure konservierten Mais enthielt. Einmal war bei den N-freien Extraktstoffen und zum anderen beim Rohprotein die deutliche Tendenz zu einem höheren Verdaulichkeitswert zu beobachten ; auffallend war der angestiegene Wert für die Verdaulichkeit der Rohfaser.

Diese Unterschiede in der Verdaulichkeit der Rohnährstoffe führten zu einem höheren Verdaulichkeitswert für die organische Substanz bei den mit Feuchtmais gefütterten Tieren. Würde diese Verdaulichkeitserhöhung ausschliesslich dem Feuchtmais zugerechnet, kann auch auf Grund dieses Versuches gefolgert werden, dass der im feuchten Zustand konservierte Mais zu höheren Anteilen verdaut wird als die künstlich getrockenete Ware.

III. — VERWERTUNG

Da mit Propionsäure konservierter Feuchtmais zu höheren Anteilen verdaut wird als die getrocknete Ware und da der Feuchtmais zudem mit einem energiehaltigen Produkt (Propionsäure) angereichert wird, lässt sich bei gleichem Futteraufwand mit dem Feuchtmais ein höherer Gewichtszuwachs und eine bessere Futterverwertung erzielen als mit Trockenmais.

Das bestätigen zahlreiche Versuche, die von verschiedenen Versuchsanstellern in den letzten Jahren durchgeführt wurden. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen sind in Tabelle 5 und 6 aufgeführt.

TABELLE 5

Ergebnisse von Mastversuchen

Versuchsansteller	Futterverwertung (relativ)		Statistische Sicherung des Unterschiedes
	Trockenmais	Feuchtmais	
1. Schweine			
Hieb (1971)	100	93	ja
Lawrence (1971) *a*)	100	94	nicht errechnet
Lawrence (1971) *b*)	100	93	nicht errechnet
Grummer (1972) *a*)	100	92	ja
Grummer (1972) *b*)	100	96	ja
Burgstaller (1972)	100	100	nein
Menke (1972)	100	97	nein
2. Mastbullen			
Salaun und Biteau (1971)	100	96	ja
Macleod (1972)	100	erheblich günstiger	nicht mitgeteilt

TABELLE 6

Ergebnisse von Mastversuchen

Versuchsansteller	Durchschnittliche tägliche Zunahme nach Mast mit :		Statistische Sicherung des Unterschiedes
	Trockenmais	Feuchtmais	
1. Schweine			
Hieb (1971)	100	105	ja
Lawrence (1971) *a*	100	105	nicht errechnet
Lawrence (1971) *b*	100	107	nicht errechnet
Grummer (1972) *a*	100	104	ja
Grummer (1972) *b*	100	107	ja
Burgstaller (1972)	100	101	nein
Menke (1972)	100	103	nein
2. Mastbullen			
Salaun und Biteau (1971)	100	98	nein
Macleod (1972)	100	106	nicht mitgeteilt

Zur Frage der Verwertung von Feucht- und Trockenmais bei Schweinen und Rindern sind weitere Versuche erforderlich, um zu klären, in wie weit sich die biozide Wirkung der Propionsäure auf den Masterfolg auswirkt.

RÉSUMÉ

L'IMPORTANCE DE L'ACIDE PROPIONIQUE DANS LA CONSERVATION DES CÉRÉALES HUMIDES ET AUTRES ALIMENTS POUR ANIMAUX. II. — DU POINT DE VUE PHYSIOLOGIE DE L'ALIMENTATION

Pour une conservation chimique des céréales fourragères rentrées humides, on ajoute à la masse à conserver jusqu'à 2,45 p. 100 (du poids) d'acide propionique selon le taux d'humidité de cette dernière et la durée de conservation.

Ainsi que l'ont montré de nombreux essais, le goût acide et l'odeur irritante de l'acide propionique n'ont pas d'influence négative sur les quantités ingérées par les porcs, les bovins et les volailles. Selon l'opinion de différents expérimentateurs, le maïs humide conservé avec des taux assez élevés d'acide propionique est absorbé par les porcs plus rapidement qu'un maïs déshydraté pris comme référence, probablement à cause de la consistance plus molle du premier.

Les animaux de ferme tolèrent des proportions relativement élevées d'acides organiques dans leur ration. Ainsi, des porcs ont encore bien supporté un mélange de 40 p. 100 des acides propionique et acétique et de 20 p. 100 d'acide butyrique, lorsqu'il était ajouté à la ration à raison de 8 p. 100. Des bovins ont très bien supporté un taux d'acide propionique de 4 p. 100 dans la ration sans diminution de rendement.

La bibliographie signale différentes études sur la digestibilité des maïs déshydratés et humides, tous deux traités à l'acide propionique. Tous ces essais montrent qu'un maïs humide conservé à l'acide propionique est mieux digéré par le porc qu'un maïs déshydraté.

Dans de nombreux essais, des porcs et des bovins ont été mis à l'engrais avec du maïs déshydraté et du maïs humide conservé à l'acide propionique sur la base de quantités égales de substance sèche de maïs. Dans presque tous les cas, les animaux qui avaient reçu le maïs humide traité au

lieu de maïs déshydraté montraient des gains plus importants ainsi qu'une meilleure utilisation des fourrages de l'ordre de 5 à 7 p. 100. Dans aucun des essais, l'absorption de maïs humide, comparée à celle de maïs déshydraté, n'a donné de gains moins élevés ou une utilisation du fourrage moins bonne.

SUMMARY

THE IMPORTANCE OF PROPIONIC ACID IN THE PRESERVATION OF WET HARVESTED GRAINS AND OTHER FEEDSTUFFS. II. — NUTRITIONAL PHYSIOLOGY

The amount of propionic acid added during the preservation of wet harvested grain can be as high as 2,45 of the weight, depending on the moisture content and the proposed lenght of storage.

Numerous trials have shown that the sour taste and pungent odour of propionic acid do not have any negative effect on the feed intake of pigs, cattle and laying hens. In some trials, maize treated with large quantities of propionic acid was eaten more rapidly by pigs than the untreated control, probably because of its softer consistency.

Farm animals tolerate relatively large amounts of organic acid in their feed. Pigs, for example, tate feed containing 8 p. 100 acid mixture (40 p. 100 propionic acid, 40 p. 100 acetic acid, 20 p. 100 butyric acid). Fodder containing 4 p. 100 propionic acid did not cause any loss of productivity in cattle.

Various reports have been written on the digestibility of wet and dry maize after treatment with propionic acid. All authors agree that wet maize preserved with propionic acid is more easily digested by pigs than dry.

Many fattening trials with pigs and cattle have been carried out to compare the results obtained with equal amounts of dry maize and wet maize treated with propionic acid. In nearly every case, the weight grain was greater and the feed utilisation 5-7 p. 100 better in animals fed on wet maize. In no case was the weight gain less or the feed utilisation poorer than that of animals fed on dry maize.

LITERATUR

Bowland J. P., Young B. A., Milligan L. P., 1971. Influence of dietary volatile fatty acid mixtures on performance and on fat composition of growing pigs. *Canad. J. animal Sci.*, **51**, 89.

Burgstaller G., Koch G., 1972. Zur Fütterung von getrocknetem und mit Propionsäure konserviertem Körnermais in der Schweinemast. *Bayer. Landw. Jahrbuch*, z. Zt. im Druck.

Brüggemann J., Erbersdobler H., 1972. Gutachten über Untersuchung je einer Probe Feucht — und Trockenmais. (persönliche Mitteilung).

Deutsche landwirtschaftsgesellschaft, 1970. *Futterwerttabelle fur Schweine.* IV. *Erweiterte und neu gestaltete Auflage.* DLG-Verlag Frankfurt-Main, Rüsterstr. 13.

Friend D. W., Cunningham H. M., Nicholson J. W. G., 1963. The effect of diet on the levels of fatty acid and lactic acid in section of the alimentary tract. *Canad. J. animal Sci.*, **42**, 156.

Günther K. D., 1972 *a*. Verdaulichkeitsversuche mit Trocken- und Feuchtmais bei alleiniger Verfütterung an Schweine. z. Zt. im Druck.

Günther K. D., 1972 *b*. Verdaulichkeitsversuche mit Trocken- und Feuchtmais (Schweine). z. Zt. im Druck.

Graham W. D., Rice H. C., 1955. *J. Pharm. a. Pharmacol.* VII, 126, zit. bei Zeller H., 1970. BASF-Mitteilungen für den Landbau.

Grummer H. J., 1972. Feuchtmais in der Schweinefütterung. *Landwirtschaftsblatt Weser-Ems*, (119), 9.

Hieb K. P., 1971. *Die Feuchtmaiskonservierung mit Propionsäure, eine produktionstechnische und betriebswirtschaftliche Untersuchung.* Landw. Dissertation der T. U. München.

Jambrich J., 1971. Über die Verdaulichkeit und den Gesamtnährwert von feuchtem, verschiedenartig konserviertem Körnermais. *Agrochemia, Chemisierung Landwirtschaft*, (11).

Lawrence T. L. J., 1971. Rolled barley or the bacon pig : some effects on performance of grain moisture content and feeding method. *J. Sci. Food. Agric.*, **22**, 407.

Macleod G. K., 1972. *Verwertung von säurekonserviertem Getreide durch Rinder.* Vortrag, gehalten auf der Nutrition Conference for Feed Manufacturers, Toronto ; zit. nach Informationen Tierproduktion, 27/2, d. Fa. Pfizer GmbH, Karlsruhe.

Menke K. H., 1971. Bericht über einen Schweinemastversuch mit Propionsäure-konserviertem Mais. (persönliche Mitteilung).

Menke K. H., 1972. Bericht über einen Verdaulichkeitsversuch mit Propionsäure-konserviertem Mais. (persönliche Mitteilung).

Pieper E., 1971. Fütterungsversuche mit Körnermais-silage und Propionsäure-Mais. (persönliche Mitteilung).

Salaun R., Biteau G., 1970. Comparaison du maïs-grain sec et du maïs-grain humide, conservé après traitement à l'acide propionique. Institut national agronomique, Institut technique des Céréales et des Fourrages.

Splittgerber H., Wein F. K., Arhelger R., 1971. Feuchtmais als Bestandteil im Legehennen-Alleinfutter. *B. A. S. F.-Mitteilungen für den Landbau*, z. Zt. im Druck.

Splittgerber H., Arhelger R., Neupert B., 1972. Fütterungsversuch zur Feststellung des Einflusses einer Propionsäurebehandlung von gepresstem Mastfutter au Futteraufnahme, — verwertung und Zunahme von Mastküten. *B. A. S. F.-Mitteilungen für den Landbau*, z. Zt. im Druck.

Steinmeyer, 1972. *Konservierung von Feuchtgetreide durch flüchtige organische Säuren, Vortrag*, gehalten auf der « Pensylvania Feed Industries Conf., University Park ; zit. nach Informationen Tierproduktion, 2/72, d. Fa. Pfizer GmbH, Karlsruhe.

Wienefeld H., 1971. Körnermaiskonservierung mit (R) Luprosil. *Hannov. Land- Forstwirtsch. Z.*, Juli.

(R) = Registriertes Warenzeichen der B. A. S. F.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (4), 695-704.

DIE BEDEUTUNG DER PROPIONSÄURE IN DER KONSERVIERUNG VON FEUCHTGETREIDE UND ANDEREN FUTTERMITTELN

III. — Technik der einbringung von propionsäure bei feuchtgetreide

F. FINK

Landwirtschaftlichen Versuchsstation Limburgerhof/Pfalz,
der Badischen Anilin nnd Soda-Fabrik AG, Ludwigshafen/Rhein 267,
6703 Limburgerhof Pfalz, Postfach 220 (R. F. A.)

ZUSAMMENFASSUNG

Im Gegensatz zu herkömmlichen Massnahmen der Haltbarmachung von erntefeuchtem Getreide werden beim Propionsäure-Verfahren die vorhandenen Mikroorganismenkeime weitgehend beseitigt und kann der minimale Rest je nach Aufwandmenge für praktisch beliebig lange Zeit gehemmt werden. Die Feuchtigkeit der Körner ist für das Verfahren grundsätzlich ohne Belang, doch hängt vom Feuchtigkeitsgehalt der Körner die Porpionsäure-Dosierung ab. Für die Dosierung spielt auch die beabsichtigte Getreidelagerungszeit eine gewisse Rolle.

Da jedes Korn von Natur aus Mikroorganismenkeime aufweist und von der ausserdem verhältnismässig niedrigen Säuremenge möglichst lückenlos benetzt werden sollte, sind sperielle, kontinuierlich arbeitende Geräte zur Propionsäure-Applikation erforderlich. Von mehreren Firmen werden solche Dosiergeräte in unterschiedlicher Leistungsfähigkeit (bis zu 60 t Getreide je Stunde) angeboten.

Die Bedienung der Dosiergeräte ist einfach : vor Arbeitsbeginn sind der Feuchtigkeitsgehalt der Körner und die Förderleistung des Gerätes so exakt wie möglich zu ermitteln und auf Grund der Dosiervorschrift auf die Durchflussmenge Säure umzurechnen.

Wesentlichste Kennzeichen der Propionsäure-Methode sind der sehr niedrige Investitionsaufwand und die aussergewöhnlich hohe Leistungsfähigkeit der Dosiergeräte, auch bei Getreidefeuchten von 45 p. 100 und mehr.

Die Verschrotung von feuchtem Getreide ist kein Problem, sofern z. B. Hammermühlen oder Stahlscheibenmühlen zur Verfügung stehen und diese auf das feuchte Mahlgut eingestellt werden. Die Wirkung der Propionsäure hält übrigens in den Schroten mindestens ebenso lange an wie in den unbearbeiteten Körnern.

1. — EINLEITUNG

Bei der Methode der Haltbarmachung erntefeuchten Getreides mit Propionsäure ist davon auszugehen, dass die an jedem Korn befindlichen Mikroorganismen weitgehend beseitigt werden müssen. In Abhängigkeit vom Wassergehalt der Körner und von der vorgesehenen Getreide-Lagerungszeit sind verhältnismässig kleine Propionsäuremenge zuzusetzen. Dabei ist nicht nur die Aufwandmenge selbst möglichst exakt einzuhalten, sondern auch eine optimale Umhüllung eines jeden Kornes anzustreben (FINK, 1970). Von dieser Voraussetzung wurde bei der Konstruktion der in der Bundesrepublik Deutschland und in anderen Ländern entwickelten Dosiergeräte ausgegangen.

2. — ORGANISATION

Die Propionsäure-Methode kann in die üblichen Erntearbeitsketten und Getreideannahmesysteme ohne besondere Schwierigkeiten eingefügt werden :

a) Das vom Mähdrescher geerntete und mit Transportwagen oder Schrägbodenbehälter in den Hof transportierte Feuchtgetreide wird meistens direkt oder über ein Förderorgan in den Einfülltrichter des Dosiergerätes geführt, dort mit Propionsäure besprüht und mit Schnecken, Förderbändern oder pneumatisch weitergefördert (Abb. 1).

b) Bei der sogenannten Sumpfannahme — des vor allem in Lagerhäusern üblichen Annahme-Prinzips — wird das Feuchtgetreide mit den vorhandenen Einrichtungen zuerst in einen Sammelbehälter transportiert, von dort aus dem Dosiergerät zugeführt und dann in das eigentliche Lager gebracht (Abb. 2).

Im landwirtschaltlichen Betrieb wird das Getreide normalerweise ohne vor- oder nachgeschaltete Trocknung mit Propionsäure konserviert. Lagerhausbetriebe, die infolge unzureichender Getreide-Trocknungskapazitäten die Vorteile des Propionsäure-Verfahrens nutzen wollen, gehen vielfach dazu über, besonders feuchtes Getreide zunächst in einem schnellen Trocknungsdurchlauf auf eine bestimmte Feuchtigkeitsstufe zu stellen, dann mit Propionsäure zu stabilisieren und bei Bedarf zu Mischfutter zu verarbeiten.

3. — DOSIERGERÄTE

An die Dosiergeräte werden folgende Anforderungen gestellt (ULLRICH, 1970).

a) Die Propionsäure muss — bezogen auf die Getreide-Durchsatzleistung — regelbar zu dosieren sein.

b) Die Säure muss so homogen wie möglich dem Getreide kontinuierlich zugesetzt werden können.

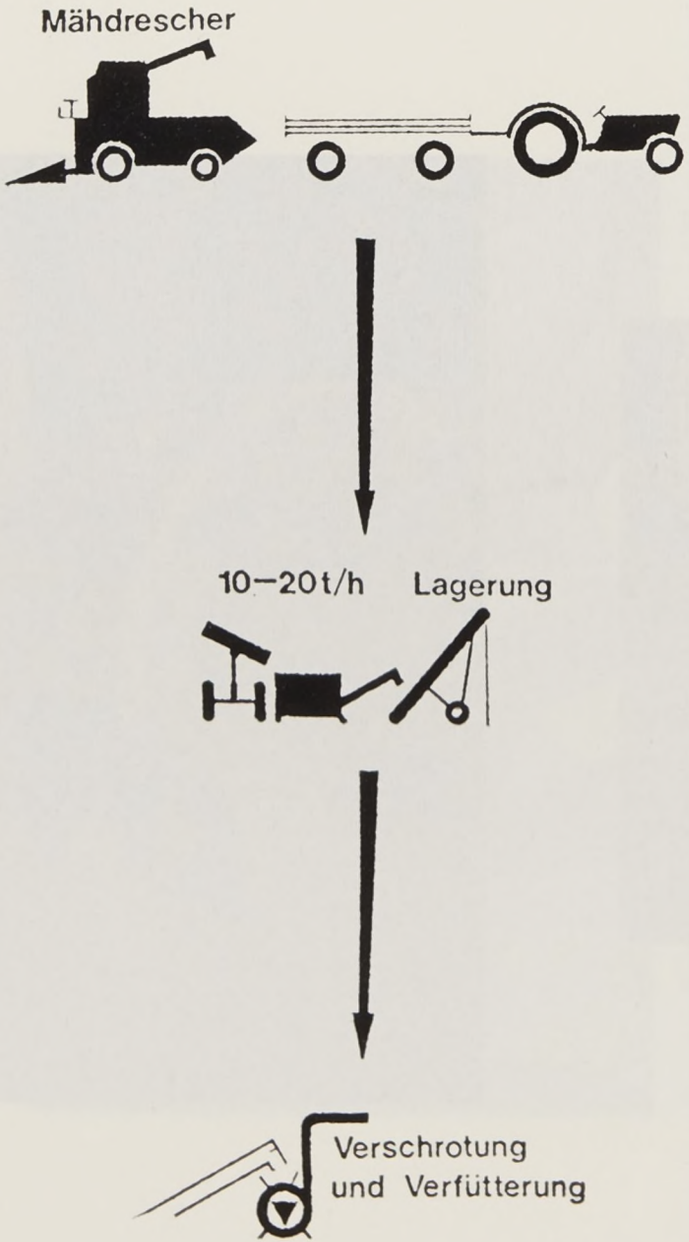


ABB. 1. — *Konservierung von feuchtgetreide mit luprosil im landwirtschaftlichen Betrieb*

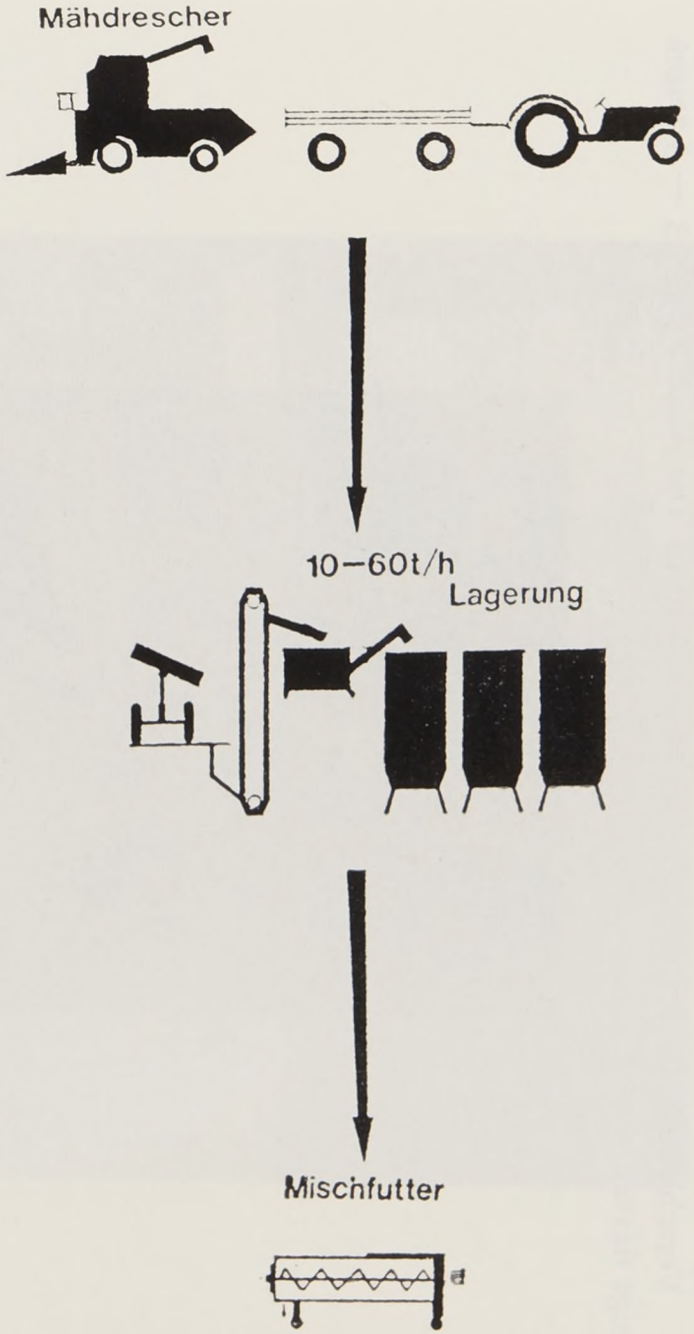


ABB. 2. — *Konservierung von feuchtgetreide mit luprosil im Lagerhaus*

c) Zur Vermeidung von Säure-Fehldosierungen sollen die Geräte mit einer Abschaltautomatik ausgerüstet sein.

d) Die Geräte müssen leistungsfähig, einfach zu bedienen und preiswert sein.

Verschiedene Geräte erfüllen diese Forderungen. Die Abbildungen 3 — 5 zeigen einige davon.

Abb. 3

Abb. 4

Die Geräte bestehen meistens aus einem Einfülltrichter, einer Mischschnecke, einer Einspritzvorrichtung mit Pumpe, Mess- und Regelarmatur sowie einer Abschaltautomatik. Die technische Funktion der Dosiergeräte ist verhältnismässig

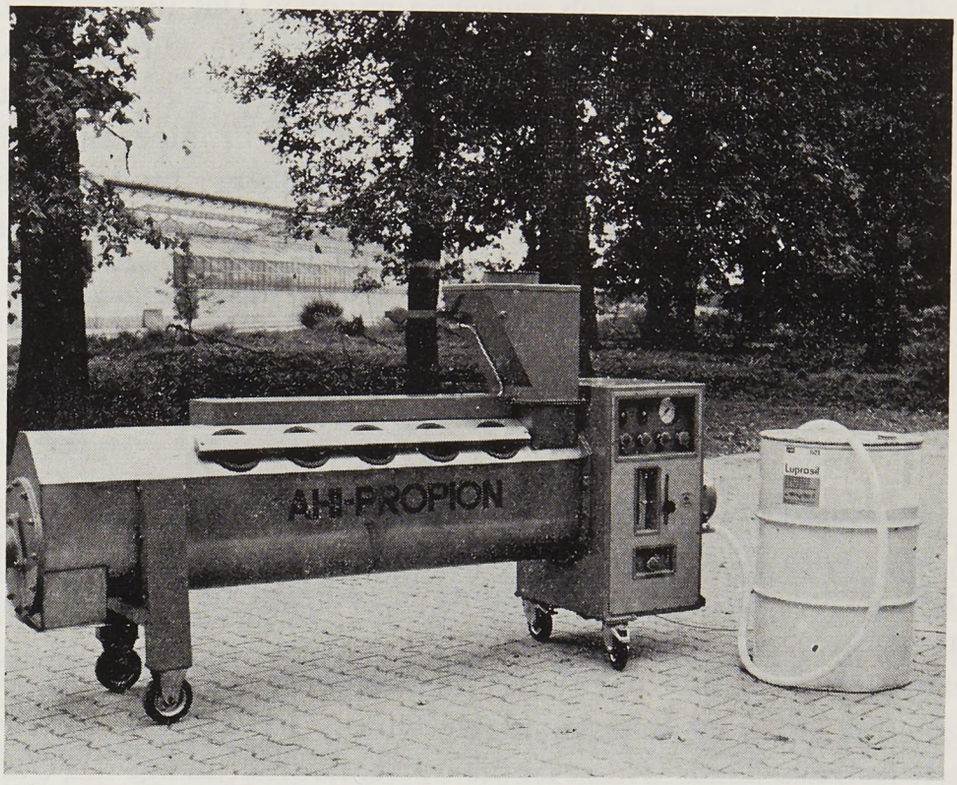


Abb. 5

einfach : Mit einer durch Elektromotor angetriebenen Pumpe wird die Propionsäure aus dem Vorratsbehälter angesaugt und über die Dosiereinrichtung mit einem Druck von 3 — 4 atü (in manchen Geräten drucklos) in die Förderschnecke gespritzt. Die Säure-Dosierung erfolgt über ein Regulierventil am Strömungsanzeiger (Abb. 6).

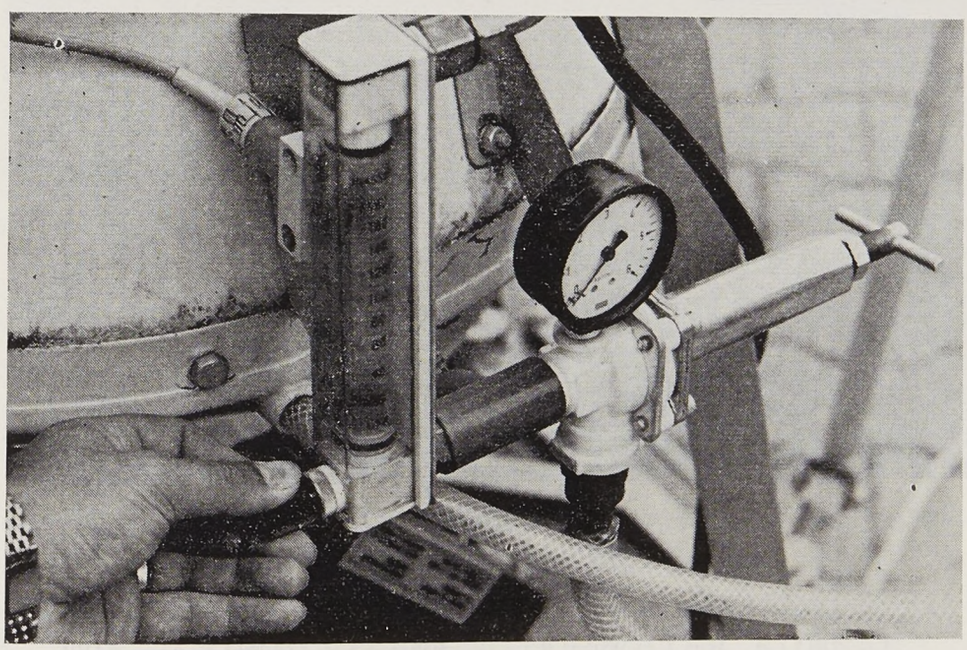


Abb. 6

Die Abschaltautomatik, mit der die meisten Geräte ausgerüstet sind, tritt dann in Funktion, wenn die am Strömungsanzeiger eingestellte Flüssigkeitsmenge unterschritten wird. Manche Geräte schalten auch bei Überschreitung der Säureförderung auto-

matisch ab, und manche verfügen ausserdem über eine serienmässige Abschaltsicherung bei aussetzendem Körnerzulauf.

Die Kapazität der z. Zt. auf dem Markt befindlichen Geräte liegt zwischen 2 und 60 t/h, die Preise bewegen sich zwischen ca. 2000 DM und 9500 DM. Manche Geräte können auch noch zur Nassbeizung von Getreide, die grösseren auch zur Getreidedenaturierung mit Fischöl benutzt werden. Seit mehreren Jahren bemüht man sich um eine Vorrichtung, mit der es möglich ist dier Propionsäure schon am Mähdrescher zuzusetzen (Ullrich, 1970 ; Fahr, 1971). Von einer finnischen Firma wurde eine solche Vorrichtung entwickelt. Sie ist jedoch nach unseren Prüfungsergebnissen noch verbesserungsbedürftig.

4. — PRAKTISCHE DURCHFÜHRUNG

Da für die Propionsäure-Dosierung in erster Linie der *Wassergehalt der Körner* massgebend ist, muss dieser vor Arbeitsbeginn, aber auch nach Arbeitspausen, möglichst exakt festgestellt werden. Mehrere Messungen sind für einen zuverlässigen Durchschnittswert erforderlich.

Die genauesten Resultate liefert der Trockenschrank, doch sind auch Schnellbestimmungsgeräte mit einer Messgenauigkeit von ± 1 p. 100 (absolut) voll geeignet.

Die zweite festzustellende Grösse ist die Getreidefördermenge der Geräteschnecke in der Zeiteinheit. Dieser Wert ist in einem Probedurchlauf über eine halbe oder eine Minute zu ermitteln, wobei mindestens eine Wiederholung empfehlenswert ist.

Aus dem ermittelten Feuchtigkeitsgehalt des Getreides und der vorgesehenen Getreidelagerzeit ergibt sich nach der BASF-Gebrauchsanweisung die Propionsäure-Aufwandmenge je 100 kg Getreide. Eine gekürzte Aufwandmengen-Empfehlung ist der Tabelle 1 zu entnehmen.

TABELLE 1

Aufwandmengen Propionsäure zur Konservierung von Feuchtgetreide
Empfehlungen der BASF für mitteleuropäische Verhältnisse

Feuchtigkeitsgehalt der Körner p. 100 H_2O	Propionsäure in g je 100 kg Getreide bei einer vorgesehenen Lagerzeit von			
	6 Monate	3 Monate	1 Monat	12 Monate
18	450	400	350	550
20	500	450	400	600
22	600	500	450	700
24	700	600	500	850
26	800	700	550	950
28	950	800	650	1100
30	1100	1000	800	1300
35	1400	1300	1150	1650
40	1750	1600	1400	2050
45	2100	1950	1650	2450

Der in der Gebrauchsanweisung für Propionsäure abgelesene Wert wird sodann in Beziehung gesetzt zur Dosiergeräteleistung, so dass sich daraus die am Gerät einzustellende Propionsäure-Dosierung je Stunde ergibt. Ein Beispiel möge das veranschaulichen (tab. 2).

TABELLE 2

Beispiel für die Feststellung der Propionsäure-Dosierung bei Feuchtgetreide

Feuchtigkeitsgehalt des Getreides	22 p. 100
Vorgesehene Getreidelagerzeit	6 Monate
Aufwandmenge Propionsäure je t Getreide ..	6 Liter
Leistung des Dosiergerätes	85 kg Getreide in 30 Sekunden = 10,2 t je Stunde
Propionsäure-Dosierung	61 Liter je Stunde

Von grosser Bedeutung ist, dass nach dem Einschalten des Dosiergerätes die Getreideförderung so lange unterbleibt, bis die erforderliche Propionsäure-Dosierung erreicht bzw. eingestellt ist. Im anderen Falle ist damit zu rechnen, dass das bei Arbeitsbeginn geförderte Getreide zumindest teilweise ohne Behandlung geblieben ist und verderben kann.

Ordnungsgemäss mit Propionsäure behandeltes Feuchtgetreide ist in Silos und Behältern aller Art, bei entsprechendem Schutz vor Bodenfeuchtigkeit und Niederschlägen selbst im Freien zu lagern (Abb. 7).

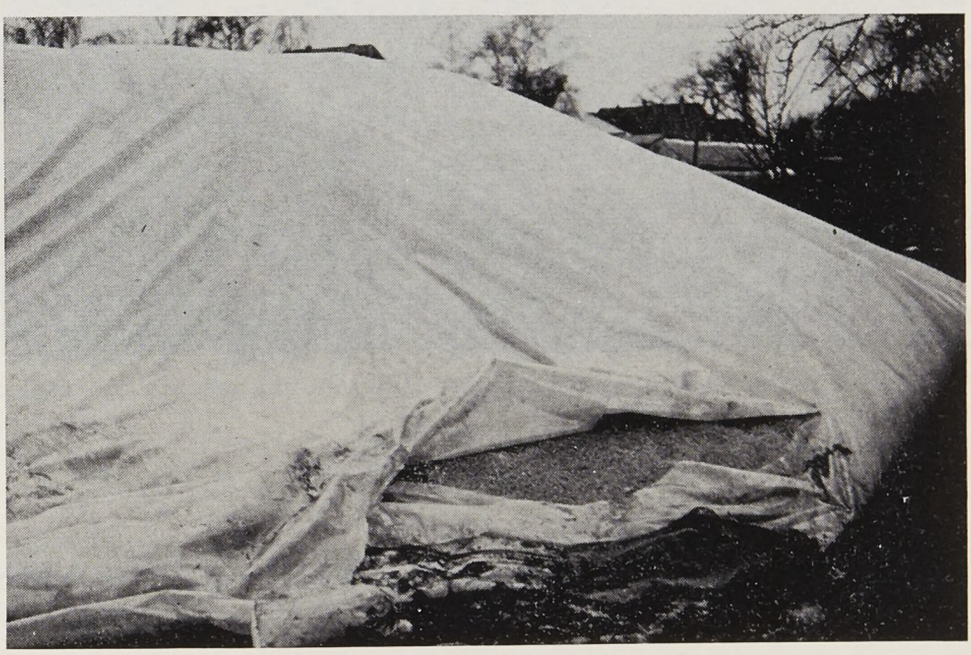


ABB. 7

5. — ZERKLEINERUNG FEUCHTER KÖRNER

Mit zunehmender Körnerfeuchte wird die mechanische Zerkleinerung im allgemeinen schwieriger. Nach unseren eigenen Feststellungen sowie nach BERNHARD und RIEMANN, 1967, sind zum Verschroten von Getreide mit mehr als etwa 22 p. 100

Wassergehalt nur Metallscheibenmühlen und Hammermühlen geeignet (Abb. 8). Da letztere in der Bundesrepublik Deutschland zur Zeit das stärkste Angebot stellen, ist auf die zweckmässigste Ausrüstung, d. h. das richtige Sieb, besonders hinzuweisen. Wenn beispielsweise eine Hammermühle zur Verarbeitung von Getreide mit 14 p. 100 H_2O ein Sieb mit 2,5 mm-Bohrungen enthält, so wird für einen nassen Körnermais (45 p. 100 H_2O) möglicherweise ein Sieb mit 15 mm-Bohrungen erforderlich sein. Diese Siebwahl ist sehr bedeutungsvoll, weil nur auf diese Weise störungsfrei und ohne grosse Kapazitätsminderung gearbeitet werden kann. Bei den meisten Hammermühlen-Typen sind übrigens die Siebe mit wenigen Handgriffen zu wechseln.

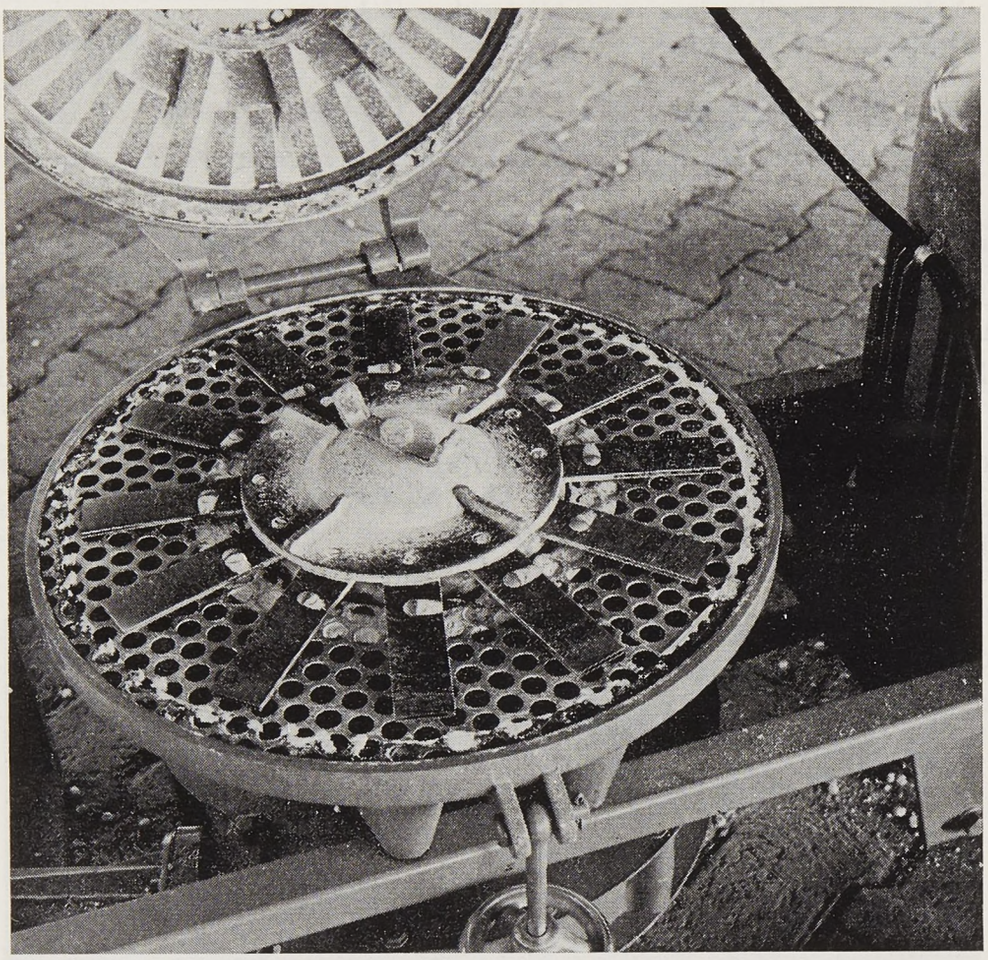


Abb. 8

6. — VORSICHTSMASSNAHMEN BEIM UMGANG MIT PROPIONSÄURE

Bei Propionsäure handelt es sich um eine organische Säure, die auf Haut und Schleimhäute ätzend wirkt. Deshalb sind beim Umgang mit dem Produkt Schutzbrillen und Schutzhandschuhe zu tragen. Sollte dennoch Propoinsäure auf die Haut gelangen, ist sie sofort mit reichlich Wasser und Seife abzuwaschen.

Propionsäure hat einen ausgeprägten und stechenden Geruch. Auch bei behandeltem Getreide ist der Geruch zunächst deutlich, mit zunchmender Lagerungszeit abgeschwächt wahrnehmbar. Wird die Applikation in geschlossenen Räumen vorgenommen, ist für eine gute Lüftung zu sorgen.

Von besonderer Bedeutung ist die korrosive Wirkung der reinen Propionsäure, insbesondere für Lager- und Transport einrichtungen sowie für die Dosiergeräte. Diese Wirkung geht weitgehend verloren, wenn die Propionsäure auf Getreide oder andere organische Substanzen aufgebracht ist. Deshalb können auch mit Propionsäure behandelte Produkte mit nicht korrosionsfesten Förderanlagen transportiert werden. Lagerbehälter aus Beton, Formsteinen, Eisen oder verzinktem Blech sind zur längerfristigen Lagerung von Propionsäure-behandeltem Getreide mit Polyaethylen-Folien auszukleiden oder mit korrosionsfesten Lacken zu streichen.

RÉSUMÉ

IMPORTANCE DE L'ACIDE PROPIONIQUE DANS LA CONSERVATION DES CÉRÉALES HUMIDES ET AUTRES ALIMENTS POUR ANIMAUX. III. — LA TECHNIQUE DE L'APPORT DE L'ACIDE PROPIONIQUE SUR CÉRÉALES HUMIDES

Contrairement à ce qui se passe lors d'une conservation traditionnelle de céréales récoltées humides, l'acide propionique permet d'éliminer dans une grande mesure les micro-organismes présents ; le reste, assez réduit, peut être inhibé pratiquement aussi longtemps qu'on le désire selon la dose employée. Le degré d'humidité des grains n'a absolument aucune importance dans ce procédé ; il conditionne seulement la quantité d'acide propionique à employer. La dose dépend également dans une certaine mesure de la durée de stockage des grains désirée.

Les micro-organismes étant établis de façon naturelle sur chacun des grains, d'une part, ces grains devant, d'autre part, être enrobés par l'acide de la façon la plus homogène possible, cet acide étant employé à des doses relativement peu élevées, des appareils spéciaux pour l'application de l'acide propionique fonctionnant en continu s'imposent. De tels appareils sont proposés par différentes firmes et avec des débits différents (atteignant jusque 60 t de céréales par heure).

L'usage des appareils est simple : avant la mise en route, on détermine de la façon la plus exacte possible le taux d'humidité des grains, le débit de l'appareil et on calcule le débit d'acide à l'aide du tableau de dosage.

Les caractéristiques principales du procédé à l'acide propionique sont une dépense en investissement très modeste et un débit extrêmement grand des appareils doseurs, même pour des taux d'humidité des grains de 45 p. 100 et plus.

Le broyage des céréales humides ne présente aucune difficulté si l'on dispose par exemple de concasseurs à marteaux ou à disques d'acier que l'on règle pour travail sur grains humides. L'acide propionique conserve d'ailleurs son efficacité dans les grains broyés, au moins aussi longtemps que dans les grains entiers.

SUMMARY

THE IMPORTANCE OF PROPIONIC ACID IN THE PRESERVATION OF WET HARVESTED GRAIN AND OTHER FEEDSTUFFS. III. — APPLICATION OF PROPIONIC ACID TO WET HARVESTED GRAIN

In contrast to traditional methods of preserving wet harvested grain, treatment with propionic acid destroys most of the micro-organisms. The few that survive can be kept under control for any length of time depending on the concentration used. The degree of moisture is basically of no importance, as far as the process itself is concerned, but together with the proposed period of storage determines the application rate.

As each grain contains micro-organisms naturally and must be thoroughly coated with a relatively small amount of acid, special continuous applicators must be developped. A variety of models, with outputs of up to 60 t per hour, are at present on the market.

The application process is simple : the moisture content of the grain and the machine throughput should be determined as accurately as possible before staring work and used as a basis for calculating the amount of acid required.

The most important features of treatment with propionic acid are the low costs and extremely high output of the applicator, even when the cereal has a moisture content of 45 p. 100 and more.

Shredding of wet cereal is no problem provided that hammer mills or steel disc mills are available and can be used for grinding wet substances. Propionic acid is at least as effective in shredded as in unshredded cereal.

LITERATUR

BERNHARD M., RIEMANN U., 1967. Maschinen für die Zerkleinerung von Körnersilage. *Mitt. DLG*, **82**, 1403-1407.

FAHR W., 1971. Die Konservierung von Körnermais und Getreide mit Propionsäure — Anwendungstechnik. *Landtechnik*, **28**, 336-337.

FINK F., 1970. Die Propionsäure als Mittel zur Haltbarmachung von Frischgetreide. *BASF-Mitt. für den Landbau*, Dez., 74-90.

ULLRICH K. H., 1970. Die Anwendungstechnik von Propionsäure zu Getreide und Körnermais. *BASF-Mitt. für den Landbau*, Dez., 113-115.

SECTION VII

- ENSILAGE : TECHNIQUES DE STOCKAGE
- SILAGE : STORAGE TECHNIQUES
- ENSILIERUNGS UND LAGERUNGSTECHNIKEN

Sous la présidence

de

Miss HYDE (Royaume-Uni)

et M. SPICHER (R. F. A.)

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (4), 707-718.

STORAGE OF GRAIN IN AIRTIGHT SILOS OR UNDER VACUUM

Mary B. HYDE

Pest Infestation Control Laboratory, Slough, (U. K.)

SUMMARY

Storage in airtight structures is an ancient method of storing grain that has been revived in recent years for preserving grain from insect and mould attack.

Airtight storage is used, especially in tropical countries, for controlling and preventing insect infestations in dry grain, without the use of toxic chemicals. At low moisture contents (up to 13-14 p. 100) there is little change in the quality of the grain.

Its use is well-established in a number of temperate countries for storing high moisture grain. In France, the moisture content of the grain (wheat, barley or oats) stored in hermetic silos (silos étanches) is usually not more than 18 p. 100 and there is relatively little degradation of the grain. In Britain, the moisture content is usually 18-24 p. 100 and in the United States of America it is frequently over 25 p. 100.

Such damp grain is subject to a form of fermentation, and the quality of the grain is affected, there being a loss in viability and bread-making properties. Hermetically-stored damp grain is therefore only suitable for feeding to livestock, a use that has increased with the recent introduction of a high-cereal content in animal feeds.

Successful airtight storage depends on removal of the oxygen that insects and most moulds need for their growth, and the maintenance of virtually oxygen-free conditions in the storage structure. If the moisture content is relatively low, or the grain is uninfested, it may be an advantage to flush out the intergranular air, before sealing the silo, with carbon dioxide, nitrogen or other inert gas. Tests in France on storage under vacuum have shown little improvement over simple airtight storage, but the method may have advantages in certain circumstances.

I am very honoured to be invited to contribute a paper on airtight storage to this international symposium on the storage of damp grain, but at the same time a little embarrassed. For it was in France that the airtight storage of damp grain was first developed, following the classic experiments of Blanc in 1937 and 1938 (Blanc, 1938). I feel that those of us who have subsequently studied this subject have trodden very much in the footsteps of the master.

In this brief review, it is only possible to deal with the main aspects of the subjects, but I hope that many of the questions that I have of necessity left unanswered will stimulate discussion.

HOW AIRTIGHT SRORAGE WORKS

Airtight storage can be used both to control and prevent insect infestations in dry grain and also to prevent the development of moulds in high-moisture grain. I should like to discuss both aspects, briefly.

In this connection, « dry » grain may be defined as grain that can be safety stored without development of fungi ; for cereal grains, its moisture content could be not more than 14 p. 100. « Damp » grain at moisture contents higher than this may be differentiated into only moderately damp grain, of moisture content up to 18-19 p. 100, and « wet » grain, usually of 22 p. 100 m.c. or more.

In uninfested dry grain, there is little biological activity, as the grain is in a resting state. But infestations of insects or growth of micro-organisms (the latter only if the grain is damp) result in appreciable metabolic activity, with utilisation of oxygen and production of carbon dioxide. In open stores, this activity can continue unchecked, as an abundant supply of oxygen is available ; but when the supply of oxygen is restricted, as in airtight storage, the pests (insects, mites or moulds) are killed or rendered inactive before they have become sufficiently numerous to damage the grain. VAYSSIÈRE (1940) was one of the first modern workers to see the advantages of airtight storage for the control of insect pests and to recommend its use in practice.

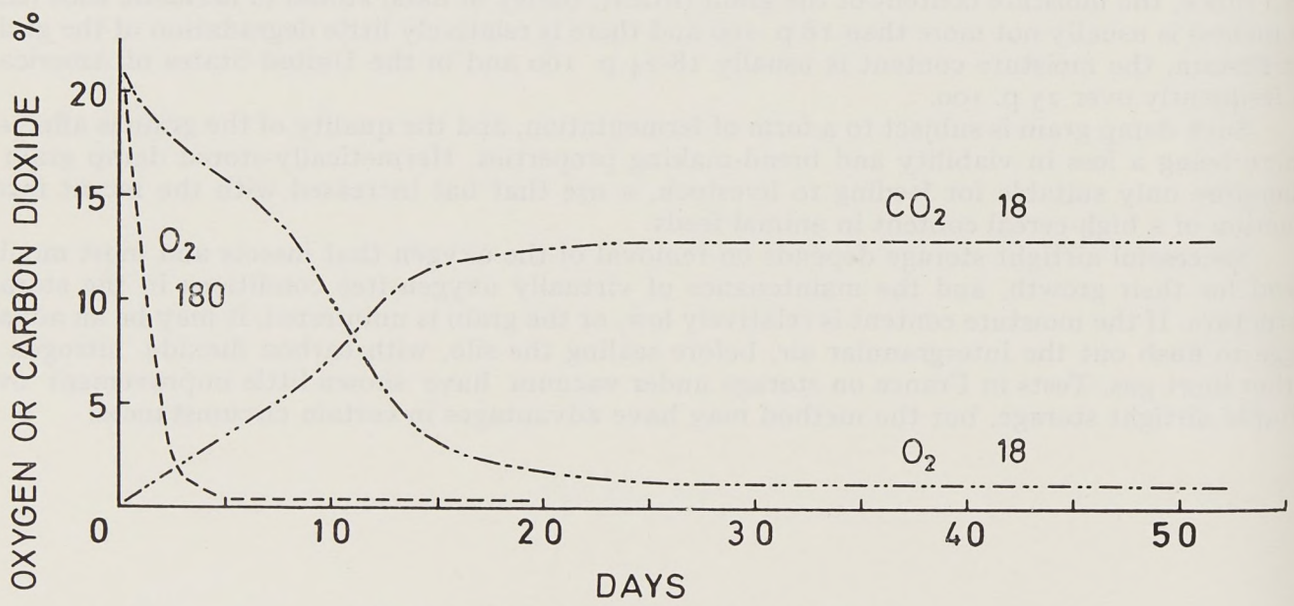


FIG. 1. — *Utilization of oxygen and production of carbon dioxide by adult* Sitophilus granarius *weevils in airtight containers*
(18, with 18 insects per 2 kg container ; 180, with 180 insects — oxygen only)
(From OXLEY et WICKENDEN, 1963)

Usually, most species of stored-product insect are killed when the concentration of oxygen has fallen to about 2 p. 100 by volume of the intergranular air (BAILEY, 1965) by which time the carbon dioxide will have increased to about 15 p. 100

as shown in figure 1 (Oxley and Wickenden, 1963). This concentration of carbon dioxide is not in itself lethal, althought it may contribute to the mortality of the insects. If the normal concentration of oxygen is maintained and carbon dioxide added, the insects will not die until the carbon dioxide concentration reaches about 36 p. 100. But, of course, this situation does not usually occur in practice, as the respiration of the insects uses up the oxygen, while at the same time producing carbon dioxide.

In damp grain, many micro-organisms will grow at very low oxygen tensions (Peterson *et al.*, 1956). Below 1 p. 100, certain yeasts, in particular, will flourish and give a mouldy appearance to the grain (Burmeister and Hartman, 1966). This could affect its commercial quality. Some moulds will grow in concentrations of oxygen as low as 0.2 p. 100. In the complete absence of oxygen, certain bacteria are able to develop. In practice, however, it is virtually impossible to produce containers that are completely hermetic and atmospheres containing absolutely no oxygen are hardly ever found.

CHANGES IN THE GRAIN

Whereas there is virtually no change in dry grain during airtight storage, the anaerobic fermentation that occurs in damp grain when the oxygen has been used up produces changes that limit the use of the grain. This fermentation results in considerable production of carbon dioxide, as seen in figure 2, and increases appreciably at moisture contents over 17 p. 100 (Hyde and Oxley, 1960).

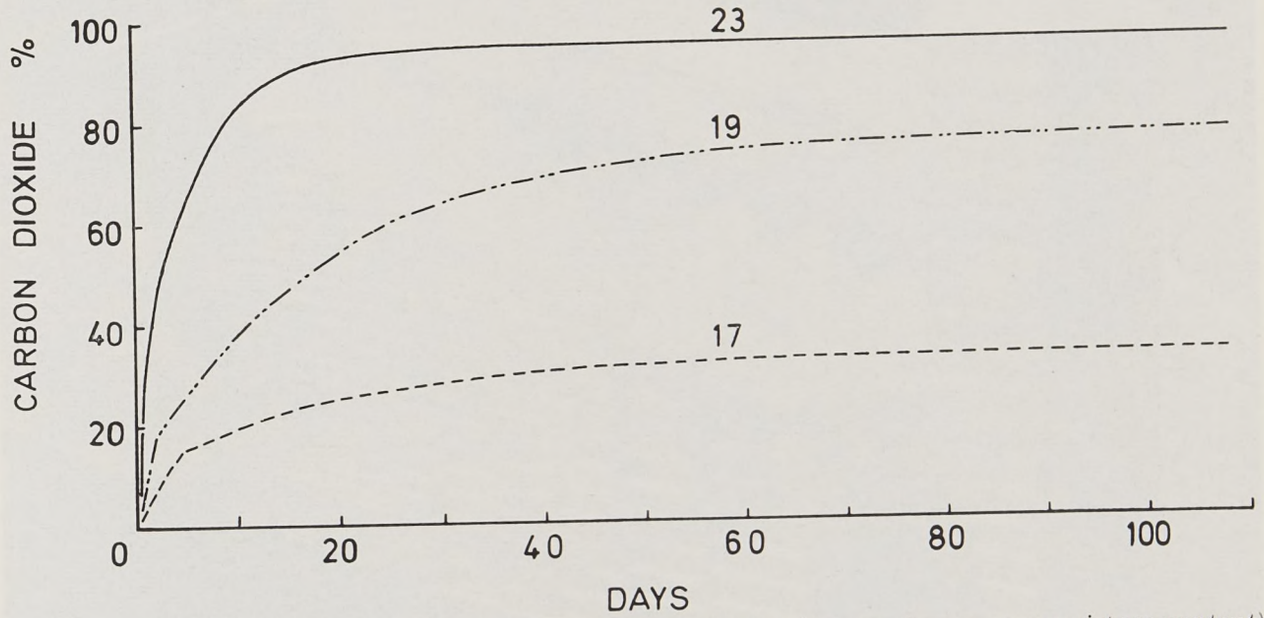


Fig. 2. — *Production of carbon dioxide by high-moisture barley* (17, 19 et 23 p. 100 moisture content) *in sealed 10-ton silos*

(Hyde, unpublished)

At such moisture contents, certain changes occur in the grain, notably a fall in germination, followed by deterioration in the milling and baking properties, which may make the grain unacceptable for bread making, unless it is mixed with dry grain ; they also render it unsuitable for malting or seed purposes. The rate at which the changes take place increases with moisture content and temperature. The fermen-

tation, as well as producing a sour-sweet, « beery » taint, results in some loss of dry matter ; at a moisture content of about 22 p. 100, the loss is about 1 p. 100, but it may be as much as 4-5 p. 100 at a moisture content of 35 p. 100 (FORBES, 1963).

Most workers, however, report little deterioration in the nutritive value of the grain for animal food (e. g. FOSTER *et al.*, 1955) and damp grain is increasingly being stored for this purpose in a number of temperate countries, following the introduction of a high-cereal ration for stockfeed. Some users advocate a moisture content of over 25 p. 100, sometimes achieved by adding water to the grain (ISAACS, 1961). Such very damp grain seems to undergo a different form of fermentation from that of only moderately wet grain, more like that occurring in green silage (MEIERING *et al.*, 1966) and this fermentation is accompanied by considerable growth of lacto-bacilli.

TYPES OF STRUCTUKE USED

Let us now look at the types of structure used in airtight storage, which vary considerably in their degree of complexity.

Modern developments in the airtight storage of damp grain took place initially in France (MANESSIER, 1950) where large installations of welded metal silos are now used to store grain, usually of about 17 p. 100 moisture content, including wheat for

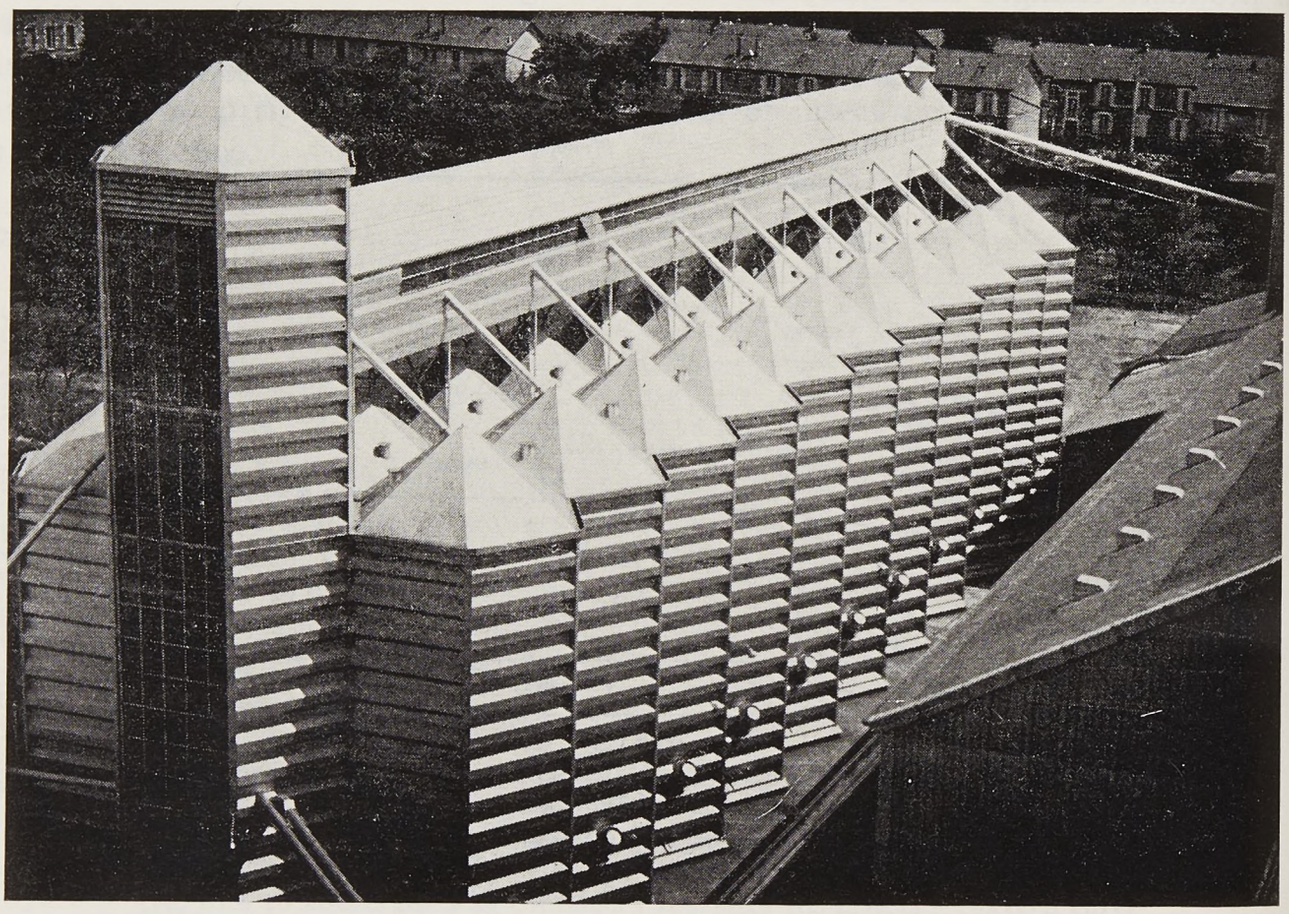


FIG. 3. — *Welded steel airtight silos, each holding 200 tonnes of wheat at Pithiviers* (Loiret) *France*

bread making. Figure 3 shows a group of 200-ton silos at the agricultural Cooperative at Pithiviers. In other countries, grain of higher moisture content is stored in sealed silos for use as animal feed. The silos are commonly constructed of bolted steel plates,

usually vitreous-enamelled, but sometimes galvanized. Figure 4 shows one such silo of 100 tons on a farm in southern England. In Britain, the grain is usually of 18-22 p. 100 moisture content, although in America it is often damper, 25 p. 100 or more.

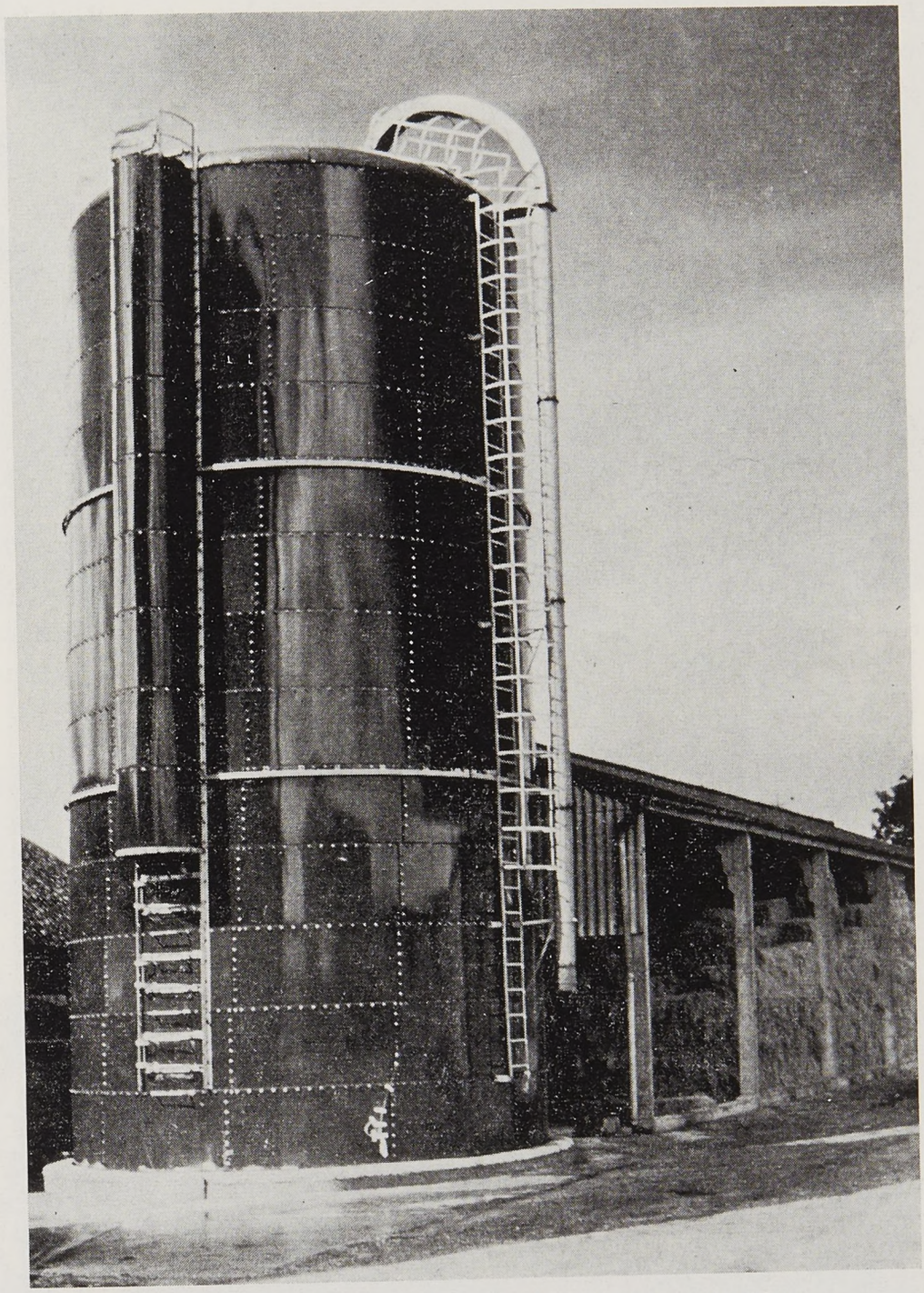


FIG. 4. — *Vitreous-enamelled steel silo, of bolted construction, storing 100 tons of high-moisture barley on a farm near Winchester, England*

Conventional concrete silos or bunkers, of the kind normally used for green silage, are also used for storing very damp grain, especially in the United States of America (ISAACS, 1961 ; PRATT *et al.*, 1961). Figure 5 shows such a concrete silo in use in Britain, where, however, they have not achieved widespread popularity (MESSER *et al.*, 1965). The walls of these silos have to be specially treated internally to make them airtight.

Proofed concrete pits have been used for storing dry grain in Argentina, where several million tons are now so stored.

Larger concrete structures, of 1 000 tons, consisting of a dome above a conical pit base, have been developed to store dry grain, especially in warm countries, such as Kenya, where two groups of 70 such silos have recently been erected (Ross, n. d.). As figure 6 shows, these silos are commonly painted white, to reflect heat, and so help to keep the grain inside as cool as possible.

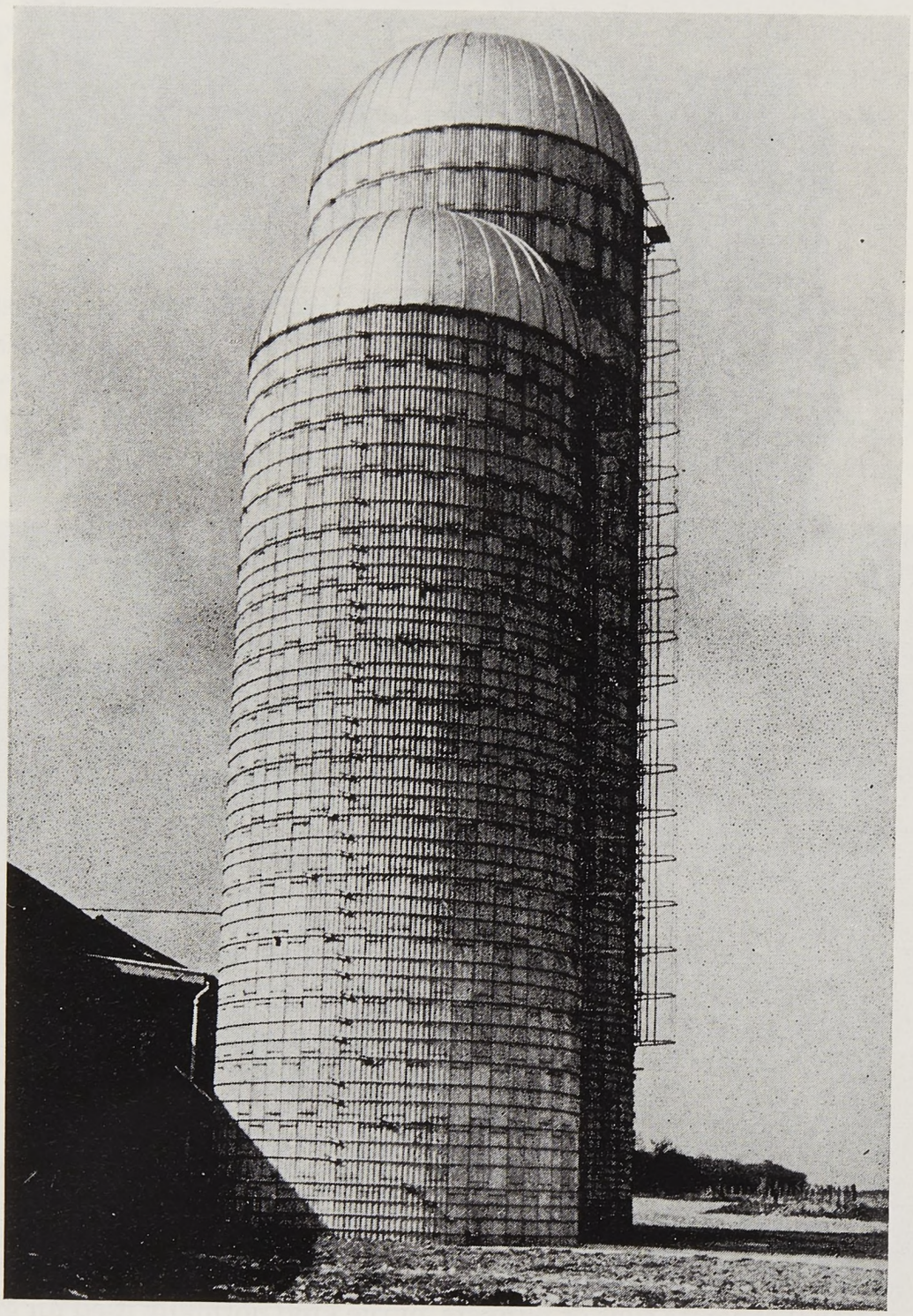


Fig. 5. — *Treated concrete silo* (in front) *storing barley at over 30 p. 100 moisture content on a farm in Lincolnshire, England ; the larger silo contains green silage*

In the United Kingdom, there has been increasing use in recent years of flexible silos (Hyde, 1968) made of butyl rubber or, less frequently, of polyvinyl chloride ; sacks made of polyethylene have also been used to store high-moisture grain.

FIG. 6. — *Part of a group of seventy 1 000-tonne proofed concrete silos storing dry maize in Kenya*

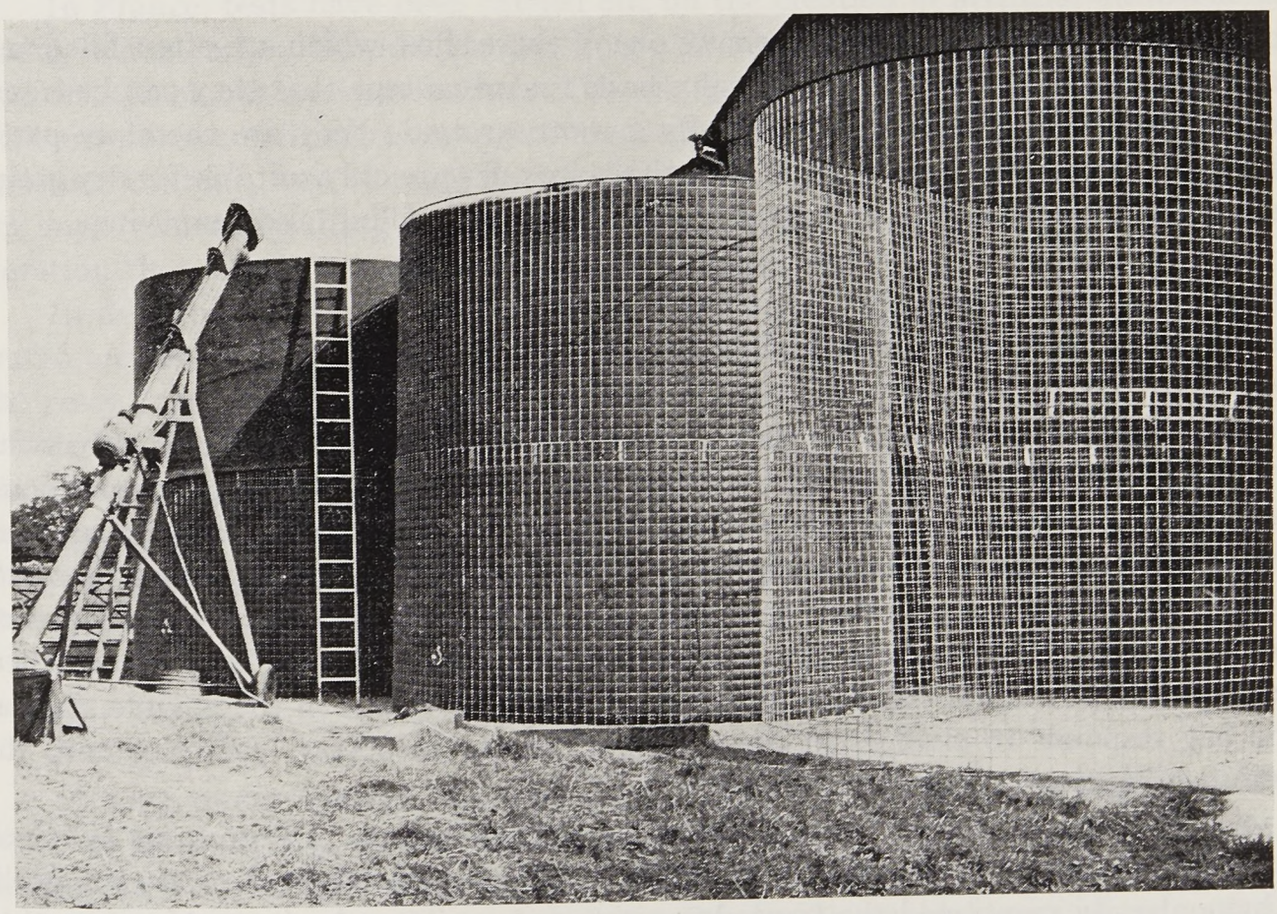


FIG. 7. — *Forty-tonne butyl rubber silos being used to store barley* (20 p. 100 moisture content) *at a farm near Lingfield* (Surrey), *England*

Figure 7 shows some of the butyl rubber silos in use on a farm, where they are commonly used in sizes up to 40 tons. Recently, larger silos, made of butyl rubber or other polymeric substance, and holding up to 1 000 tons, have been developed for

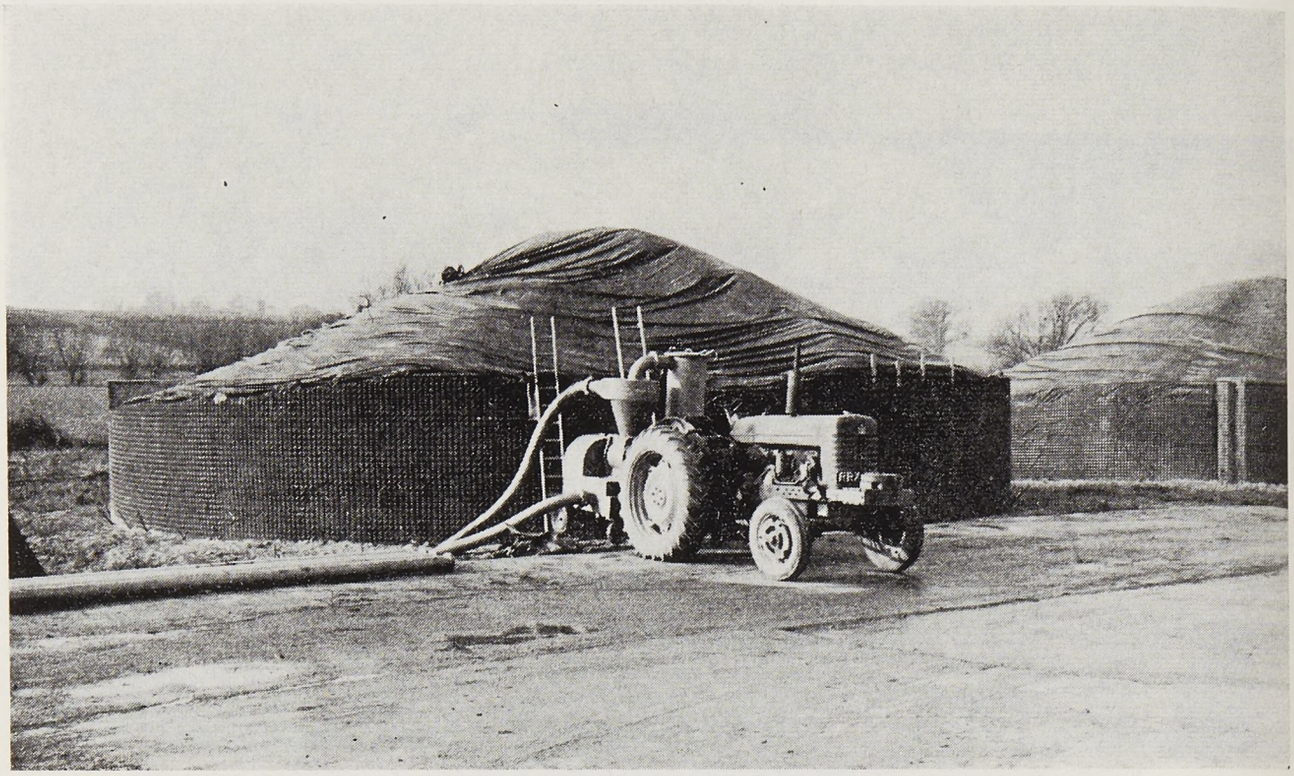


FIG. 8. — *A 1 000-tonne butyl rubber silo used for storing dry wheat near Banbury* (Oxfordshire), *England ; note the pneumatic machine used for filling and emptying the silo*

the storage of dry grain. Figure 8 shows one of these silos, which are often filled and emptied pneumatically. The flexible silos have the advantage that they can be transported easily and erected on almost any smooth ground ; they are therefore particularly useful for emergency stores, but the large ones are only suitable for dry grain, and generally require rather expensive equipment for filling and emptying.

PROBLEMS IN AIRTIGHT STORAGE

Certain problems have to be overcome for airtight storage to be successful. The greatest problem in airtight storage is to maintain low-oxygen conditions. The production of carbon dioxide in damp grain results in an increase in pressure which has to be allowed for, especially in rigid silos, by the provision of a pressure-release valve, through which air can enter as the temperature falls at night, or when grain is removed. Some of the more sophisticated of the metal silos have a « breather-bag » which overcomes this difficulty. Entry of oxygen is less in the flexible silos, as the bag responds to changes in pressure and, during emptying, collapses onto the grain, so limiting the air space above it.

In general, airtight storage in metal or flexible silos is in structures in which the seal is « mechanical », that is, provided by the impervious wall of the silo itself. I have already mentioned the treated concrete tower silos or horizontal bunkers that are used, especially in America. In these, the seal is « biological », that is, provided

by the exposed face of the grain itself. The micro-organisms present on this surface grain use up the oxygen that enters, thus producing oxygen-free conditions in the main bulk. These silos are unloaded from the top, or end, and the exposed grain must be removed daily to a depth of about 15 cm, before it « heats » and allows the development of thermophilic organisms, some of which are harmful. These « open-top » silos and bunkers are most suitable for very damp grain, even up to 35 p. 100 moisture content, which is sometimes obtained by adding water to the grain or by harvesting it before maturity (Isaacs, 1961). Work in America has shown that they are particularly suitable for storing ground grain, in which the amount of intergranular space is much reduced (Krall, 1969).

CREATION OF ARTIFICIAL ATMOSPHERES

In most forms of airtight storage, the low-oxygen conditions required are produced by the respiration of the grain and its associated pests. There may be occasions, however, when the reduction in oxygen is too slow ; for instance, if dry grain is only lightly infested or if the moisture content is relatively low, say about 17 p. 100, and the insects and moulds can continue to develop, although only slowly. In such circumstances, it may be desirable to eliminate the oxygen artificially. This can be done by purging the silo with nitrogen or carbon dioxide gas, by adding solid carbon dioxide, or by burning propane or other gas. My colleague Burrell achieved a useful reduction in oxygen in a butyl rubber silo of infested but cool, dry grain, merely by introducing a few sackfuls of very wet barley.

In France, tests have been carried out on the creation of artificial atmospheres, mainly using carbon dioxide (Le Du, 1968). The results showed, as did those of our own tests at higher moisture contents (Hyde, 1970) that the fermentation associated with anaerobic conditions is not prevented, altough it may be reduced. As at 17 p. 100 moisture content, any changes during normal airtight storage are relatively small, the improvement resulting from introduction of carbon dioxide may reduce the deterioration that occurs to a commercially acceptable level.

In describing the creation of artificial low-oxygen atmospheres, I have concentrated on the more or less complete elimination of oxygen as a means of controlling the pests, in so-called « hermetic » containers. Attempts have been made to control insects by adding carbon dioxide to ordinary, non-airtight concrete silos, to raise the concentration of this gas to a lethal level, i e., above 36 p. 100, but at the same time maintaining a fairly high concentration of oxygen (Jay *et al.*, 1971). I feel that this technique cannot really be described as airtight storage, and I will not develop it further.

STORAGE UNDER VACUUM

Storage under vacuum has also been studied. In France, tests showed that wheat of up to 17.5 p. 100 moisture content maintained its baking properties for 9 months at 20°C, under conditions of continuous or intermittent vacuum, although the germinative capacity was reduced (Le Du, 1968). At higher moisture contents (17.5-18.5 p. 100) deterioration occurred.

More recent experiments have been carried out in France on holding very high moisture maize (29-39 p. 100) under vacuum (1-10 mm Hg) for 4-6 weeks, until it could be passed through a drier (Le Du, 1970). At the low ambient temperatures prevailing, the repeated evacuation that was necessary had a pronounced refrigerating effect, reducing the grain temperature on occasion to 3°C. This may have contributed to the successful storage, as there was no increase in mould growth ; an intracellular fermentation was associated with an increase in numbers of bacteria, especially lacto-bacilli, not unexpected at this very high moisture content.

CONCLUSIONS

Summarizing, one may say that airthigh storage is a satisfactory method of controlling and preventing insect infestations in dry grain, and in preventing the development of moulds in high-moisture grain. As far as the latter is concerned, one should distinguish between the storage of only slightly damp grain (moisture content not more than 17 p. 100) intended for bread-making, and grain, particularly barley, oats and maize, of high moisture contents (22-35 p. 100), which can only be used for animal feed.

In all forms of airtight storage, it is essential that low-oxygen conditions are maintained, and careful management of the silos is essential. With light infestations or relatively dry grain, artificial creation of low-oxygen atmospheres may be necessary.

In this connection, I should like to end by quoting the conclusions of the 19th-century French scientist-engineer, Doyère, who wrote in 1862, following his own successful experiments : « Wheat is preserved in underground hermetic silos without it being necessary to create a vacuum, nor to introduce any gas, nor any other foreign substance ».

But, as our distinguished colleague Mme Poisson has pointed out, the quality requirements were much less stringent in Doyère's time than today, and results thought excellent then might not be acceptable now.

More work needs to be done on these aspects of this otherwise simple, method of storage, which has the added advantage of preventing the development of pests without the use of chemicals.

RÉSUMÉ

STOCKAGE DES GRAINS EN SILOS ÉTANCHES OU SOUS VIDE

Le stockage des grains en silos étanches est une méthode ancienne qui a été remise à l'honneur ces dernières années pour préserver le grain des insectes et des moisissures.

Le stockage en silos étanches est utilisé, surtout dans les pays tropicaux, pour réprimer et prévenir les infestations dues aux insectes, dans le grain sec, sans avoir recours à des produits chimiques toxiques. Lorsque le grain a un pourcentage d'humidité faible (jusqu'à 13-14 p. 100) sa qualité subit peu de changement.

On s'en sert couramment dans les pays tempérés pour stocker du grain très humide. En France, l'humidité du grain (blé, orge, avoine) stocké dans des silos étanches ne dépasse pas généralement 18 p. 100, et le grain est relativement peu détérioré. En Grande-Bretagne, l'humidité du grain se situe habituellement entre 18 et 24 p. 100 et aux États-Unis elle est fréquemment au-dessus de 25 p. 100. Un grain d'une telle humidité est l'objet d'une sorte de fermentation et sa qualité se trouve affectée, car sa viabilité et ses qualités boulangères se trouvent amoindries. Le grain humide stocké en silos étanches ne peut par conséquent être utilisé que dans l'alimentation animale, utilisation qui s'est accrue avec la récente introduction de grandes quantités de céréales dans l'alimentation du bétail.

Le succès d'un stockage en silos étanches dépend de l'élimination de l'oxygène nécessaire au développement des insectes et de la plupart des moisissures, ainsi que du maintien de cette absence d'oxygène dans le silo. Si l'humidité est relativement faible, ou si le grain n'est pas infesté, il peut être bon, avant de fermer le silo, d'expulser à l'aide de gaz carbonique, d'azote ou autres gaz inertes, l'air logé entre les grains. Des essais de conservation sous vide effectués en France se sont montrés peu supérieurs au stockage en silos étanches, mais il est possible que dans certaines circonstances cette méthode présente des avantages.

ZUSAMMENFASSUNG

LUFTDICHTE GETREIDELAGERUNG

Lagerung von Getreide in luftdichten Silos ist ein altes Verfahren das in den letzten Jahren wieder in den Vordergrund trat, um Getreide vor Insekten- und Schimmelbefall zu schützen.

In Tropenländern wird luftdichte Lagerung zum Schutz vor Insekteninfizierung des trockenen Getreides,ohne Zusatz toxischer Chemikalen eingesetzt. Bei niederem Wassergehalt (bis 13-14 p. 100) ist der Schaden nur geringfügig.

Dises Verfahren wird in Gebieten mit mildem Klima für die Lagerung von feuchtem Korn allgemein angewandt. In Frankreich hat das in luftdichten Silos gelagerte Getreide (Weizen, Gerste oder Hafer) meistens einen Wassergehalt von nicht mehr als 18 p. 100 fund unter diesen Bedingungen wird das Korn nur wenig beschädigt. In Grossbritanien liegt der Wassergehalt meistens bei 18 bis 24 p. 100 und in den U. S. A. ist er häufig über 25 p. 100. Solch feuchtes Korn ist einer gewissen Fermentation unterworfen, seine Qualität wird dadurch beeinflusst und seine Lebens- und Backfähigkeiten werden herabgesetzt. Luftdicht gelagertes Getreide kann deshalb nur für die Tierfütterung eingesetzt werden. Diese Verwendung hat neuerdings durch den Gebrauch von hohen Getreidezusätzen in Futtermittel zugenommen.

Der Erfolg von Legerung in luftdichten Silos hängt einerseits von der Entfernung des Sauerstoffs ab, der zum Wachstum von Insekten und Schimmelpilze nötig ist, und andererseits von der Erhaltung dieses Zustandes ab. Bei relative niedrigem Wassergehalt oder bei nicht infiziertem Getreide, kann es vorteilhaft sein die Luft vor dem Schliessen des Silos mit Hilfe von CO_2, Stickstoffgas oder einem anderen Inertgas abgesaugt, werden. Französiche Versuche mit Vakuumlagerung haben im Vergleich zur einfachen luftdichten Lagerung kaum eine Verbesserung gezeigt, es ist aber möglich, dass dieses Verfahren unter gewissen Bedingugen Vorteile hat.

REFERENCES

Bailey S. W., 1965. Air-tight storage of grain ; its effect on insect pests. IV. *Rhyzopertha dominica* (F.) and some other Coleoptera that infest stored grain. *J. stored Prod. Res.*, **1**, 25-33.

Blanc A., 1938. Essais de conservation de blé en atmosphère confinée. *C. R. Acad. Agric. Fr.*, **24** (625-630), 71 p. supplément.

Burmeister H. R., Hartman P. A., 1966. Yeasts in ensiled high-moisture corn. *Appl. Microbiol.*, **14**, 35-38.

Forbes T. J., 1965. Some observations on the hermetic storage of undried barley and its use in pig-feeding. *Agric. Progress*, **40**, 55-67.

Foster G. H. *et al.*, 1955. Effects on corn of storage in airtight bins. *J. agric. Food chem.*, **3**, 682-686.

HYDE M. B., 1968. Successful storage of high moisture grain. *Esso Farmer*, **20** (3), 11-14.

HYDE M. B., 1970. Storage trials with moist barley and field beans in polyvinyl chloride and butyl rubber silos. *Proceedings 4th international Colloquium on Plastics and Agriculture, Paris, June* 1970, 178-185.

HYDE M. B., OXLEY T. A., 1960. Experiments on the airtight storage of damp grain. I. Introduction, effect on the grain and the intergranular atmosphere. *Ann. appl. Biol.*, **48**, 687-710.

ISAACS G. W., 1961. Wet storage and chemical treatment of grain. *Paper to Crop Conditioning Equipment Conference, Univ, Nebraska, 4 Aug. 1961*, 20 p.

JAY E. G. *et al.*, 1971. The application and distribution of carbon dioxide in a peanut (groundnut) silo for insect control. *J. stored Prod. Res.*, **6**, 247-254.

KRALL J. L., 1969. High moisture barley : harvesting, storing and feeding. *Bull. Montana agric. exper. Station*, (625), 45 p.

LE DU J., 1968. Conservation de blé sous vide, sous atmosphère confinée, sous atmosphère de gaz carbonique. Conservation d'orge de brasserie sous atmosphère confinée. *Ind. aliment. agric.*, 811-821.

LE DU J., 1970. Experimentation sur la conservation de maïs-grain humide sous vide. *C. N. E. E.M. A, Bulletin*, (154), 33-43.

MANESSIER J., 1950. Silos métalliques étanches pour le stockage des grains. *Inform. Doc. agric.*, (14), 439-445.

MEIERING A. G. *et al.*, 1966. Short-time sealed storage of high-moisture small grains. *Quarterly Bull. Michigan agric. exper. Station*, **48**, 465-470.

MESSER H. J. M. *et al.*, 1965. The use of concrete staved silos for storing high-moisture barley. *Agricultural Research Council, Experimental Farm Buildings Report* (4), 24 p.

OXLEY T. A., WICKENDEN G., 1963. The effect of restricted air supply on some insects which infest grain. *Ann. appl. Biol.*, **51**, 313-324.

PETERSON A. *et al.*, 1956. Grain storage studies. XXI. Influence of oxygen and carbon dioxide concentrations on mould growth and grain deterioration. *Cereal Chem.*, **33**, 53-66.

PRATT G. L. *et al.*, 1961. Storing high moisture barley in North Dakota. *Paper, Annual Meeting American Society of Agricultural Engineers*, (61-425), 8 p.

ROSS A. C., (n. d.). Semi-underground bins in Cyprus and Kenya. In Airtight grain storage. *Bulletin, Food and Agricultural organization the United Nations* (in the press).

VAYSSIÈRE P., 1940. Le rationnement en denrées alimentaires et la protection des stocks. *C. R. Acad. Agric. Fr.*, 798-808.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (4), 719-725.

VERÄNDERUNGEN IN FEUCHTEM, LUFTDICHT GELAGERTEM GETREIDE

H. GASIOROWSKI

Landwirtschafliche Akademie,
Poznan (Pologne)

ZUSAMMENFASSUNG

Es wurde feuchter Weizen in luftdicht verschlossenen Silos im Labor gelagert. Die Alteration wurde nach den Mahl — und Backfähigkeiten bestimmt. Der grösste Teil der Alterationen findet während der ersten Lagerungsmonate statt, und das Ausmass dieser Veränderungen hängt vom Wassergehalt ab.

Die Getreideernte in Polen erfolgt auf sich stets vergrösserndem Gebiet mit Mähdreschern und im Zuzammenhang hiermit erwartet die polnische Landwirtschaft eine Lösung der Lagerungsprobleme von feuchtem Getreide. Es finden sich nämlich Zeitabschnitte, in denen die Feuchtigkeit von frisch geerntetem Getreide bis an 30-40 p. 100 heranreicht. Es scheint, dass in unseren Verhältnissen die luftdichte Lagerung derartigen Getreides am meisten zutreffend wäre.

Seit einer Reihe von Jahren fand diese Methode auf dem Gebiete verschiedener Länder Anwendung wie z. B. in Frankreich, England, Dänemark und der USSR, jedoch sind die theoretischen Mitteilungen betr. der Zustandsänderungen in derart gelagertem Getreide überaus beschränkt. Diese Abhandlung stellt eine vorbereitende Information unseres Zentrums betr. Lagerung von feuchtem Getreide in gasdichten Behältern dar.

MATERIAL UND METHODEN

In unseren Versuchen wurde Weizenkorn heimischer Sommersorten «Ostka Popularna — Elite» vom Erntejahr 1971 verwendet. Die Versuche wurden in Laborskala durchgeführt. Das gelagerte Korn besass 3 Feuchtigkeitsstufen : 14-15 p. 100, 17,5-18,5 p. 100 und 23-24 p. 100.

Das Getreide wurde befeuchtet, bis es entsprechende Feuchtigkeit erlangte. Nach 24 Std Liegezeit wurde es in Metelbüchsen mit 10 kg Fassungsvermögen untergebracht und hermetisch verschlossen. Die Proben wurden in einem Raum mit 20-25°C auf einen Zeitraum von ca 24 Wochen eingelagert. Nach Ablauf einer bestimmten Lagerungszeit /7,15 bzw 24 Wochen/wurden die Büchsen geöffnet und sofort das Lagergut Analysen unterworfen.

Voverst wurden die Getreideproben durch Zerteilung in dünne Schichten getrocknet, nachfolgend in einem warmen Luftstrom, bei häufigem Umschichten vorsichtig angewärmt. Die Getreideproben wurden sensorischen Beurteilungen unterworfen und nachfolgend folgende Normbestimmungen durchgeführt :

1° des Wassergehalts ;
2° der Keimenergie/nach 4 Tagen/und Keimfähigkeit/nach 7 Tagen/ ;
3° vom Gehalt an reduzierenden Zuckerarten/Luff — Schoorl Methode/ ;
4° vom Gehalt an Saccharose/Luff — Schoorl Methode/ ;
5° vom Gehalt an eiweisslosem Stickstoff ;
6° der rheologischen Teigeigenschaften durch Farinograph ;
7° der rheologischen Teigeigenschaften durch Alveograph.

Zur chemischen Bestimmung wurde das Getride auf einer Laborschrotmühle zerkleinert ; das zur Beurteilung der rheologischen Teigeigenschaften benötigte Mehl stammte aus einer Vermahlung auf einer « Quadrumat Senior » Labormühle.

ERGEBNISSE

Die Versuchsergebnisse wurden in tab. 1 und 2 zusammengestellt. Die tab. 1 enthält Daten betr. sensorischer Beurteilung, Lebenskraft und gewisser chemischer Veränderungen des eingelagerten Getreides.

Die sensorischen Eigenschaften änderten sich in Abhängigkeit vom Wassergehalt und der Lagerungszeit. — Nach 7 Wochen äusserte sich in der Probe mit ca 24 p. 100 Wassergehalt ein starker Fermentationsgeruch, die Farbe des Getreides blieb jedoch unverändert. In der Probe mit mittlerer Feuchtigkeit entwickelte sich ebenfalls ein fremder Fermentationsgeruch jedoch mit schwächerer Intensität. Nach 15 Wochen Lagerungszeit wies die Probe mit ca 24 p. 100 Wassergehalt einen stark fermentativen Geruch auf. Auch die Probe mit ca 18 p. 100 Wassergehalt roch nach 15 Wochen deutlich fermentativ. Diese Wahrnehmung wurde nach 24 Wochen als sehr intensiv fermentativ bestimmt.

Auch Getreide mit 14 p. 100 Feuchtigkeit zeigte nach einer 24 Wochen dauernder Lagerung fermentativen Geruch, jedoch schwacher Intensität auf.

Nach 24-wöchentlicher Lagerzeit verlor Weizen mit ca 18 p. 100 Wassergehalt in gewissem Masse die Schüttfähigkeit, wogegen Weizen mit etwa 24 p. 100 Feuchtigkeit in derselben Zeit der Schüttfähigkeit gänzlich verlustig wurde, schal bekam und eine matte Obergläche aufwies. Bis zum Ende der Lagerzeit wurden Farbänderungen nicht beobachtet.

Die Keimenergie und Keimfähigkeit blieben in Proben mit ca 14 p. 100 Feuchtigkeit erhalten. In den anderen Getreideproben mit 18 bzw 24 p. 100 war die Keim-

TABELLE I

Einfluss gasdichter Lagerung auf sensorische Eigenschaften, die Lebenskraft und gewisse chemische Anderungen von Weizen

Proben Nr	Lagerungszeit (Wochen)	Feuchtegehalt p. 100	Geruchstönung	Farbtönung	Keimenergie p. 100	Keimfähigkeit p. 100	Eiweissloser Stickstoff p. 100	Reduz. Zuckerarten p. 100	Saccharose p. 100
0	Anfangprobe	14,6	Normal	Normal	98	100	0,09	0,28	0,8
1	7	14,3	Normal	Normal	97	100	0,09	0,28	0,8
2	15	14,4	Normal	Normal	96	99	0,09	0,30	0,6
3	24	14,4	Sehr schwach fermentativ	Normal	96	99	0,10	0,30	0,6
4	7	17,5	Schwach fermentativ	Normal	84	90	0,09	0,38	0,7
5	15	18,5	Deutlich fermentativ	Schwach Matt	59	74	0,20	0,40	0,5
6	24	18,1	Stark fermentativ	Matt	0	0	0,19	0,74	0,1
7	7	23,3	Stark fermentativ	Normal	47	53	0,19	0,32	0,6
8	15	23,9	Sehr stark fermentativ	Matt	0	0	0,19	1,02	0,1
9	24	24,0	Sehr stark fermentativ	Matt	0	0	0,19	1,10	0,1

fähigkeit bereits nach 7 Wochen stark behindert u. zw. um so mehr als der Feuchtigkeitsgrad anstieg.

Die Lebenskraft vom Weizen mit ca 24 p. 100 Feuchtigkeit fiel schon nach 15 Wochen auf Null, in der Probe mit 18 p. 100 Feuchtigkeit ging sie ebenfalls nach 24 Wochen gänzlich ein.

TABELLE 2

Einfluss gasdichter Getreidelagerung auf den technologischen Wert von Mehl auf Grund von Farino — und Alveogrammen

Proben Nr.	Lagerungszeit (Wochen)	Wasseraufnahme p. 100	Farinograph			Alweograph Arbeitsgrösse (W) (10^{-4} J)
			Teigentwicklung (Minuten)	Teigstabilität (Minuten)	Erweichung in Brab. (Einh.)	
0	Anfangprobe	69,2	2,5	3,0	100	71,4
1	7	69,3	2,5	3,0	100	68,2
2	15	68,1	3,5	3,0	100	104,9
3	24	67,6	3,5	2,5	120	90,3
4	7	68,8	4,0	4,0	80	93,6
5	15	68,4	4,5	7,5	40	95,1
6	24	67,9	7,0	10,0	20	145,9
7	7	69,5	6,5	4,0	50	156,0
8	15	68,8	6,0	4,5	80	69,5
9	24	66,3	4,0	4,0	120	45,7

Ausdrückliche Änderungen des Zuckergehalts wurden festgestellt. Der Gehalt an reduzierenden Zuckerarten zeigte allmählichen Anstieg in Abbängigkeit vom Feuchtgehalt der Proben. Im Falle max Feuchtigkeit stieg der Gehalt an reduzierenden Zuckerarten von 0,28 p. 100 nach Ablauf von 7 Wochen auf 0,32 p.100 nach 15 Wochen auf 1,02 p. 100 und nach ca 24 Wochen auf 1,1 p. 100 an.

Dagegen fiel der Saccharosegehalt entsprechend der Lagerungszeit und der Probenfeuchtigkeit ab. Am deutlichsten zeigt dies das Beispiel des Weizens mit maximaler Feuchtigkeit. Der Anfangsgehalt an Saccharose von 0,8 p. 100 fiel nach 7 Wochen auf 0,6 p. 100 und nach 15 Wochen auf 0,1 p. 100 ab.

In der Probe mit 14 p. 100 Wassergehalt wurden nur Änderungstendenzen des Zuckergehaltes beobachtet. Zu unterstreichen ist, das die Änderungen nur minimal hervortraten.

Es wurden ebenfalls Änderungen in eiweisslosem Stickstoff beobachtet. Im Vergleich zum Anfangsgehalt dieses Komponents erfolgte in der Probe mit 24 p 100 Feuchtigkeit nach 7 Wochen ein Anstieg um ca 100 p. 100/bis 0,19 p. 100/; ein ähnlicher Anstieg erfolgte in der Probe mit 18 p. 100 Feuchtigkeit erst nach 15 Wochen Lagerzeit. In weiteren Lagerungszeitabschnitten wurden keine Veränderungen an eiweisslosem Stickstoffgehalt beobachtet. In der Probe mit 14 p. 100 Feuchtigkeit wurde auch nach 24 — wöchentlicher Einlagerung keine Änderung dieses Komponents beobachtet.

Aus Tab. 2 ist ersichtlich, dass bei längerer Lagerung ein Abfall der Wasseraufnahmefähigkeit des Mehls erfolgt, was am deutlichsten in der feuchtesten Probe festzustellen war.

In den Proben feucht eingelagerten Weizens wird eine Besserungstendenz der mit Farinograph und Alveograph festgesellten Qualitätsgrössen, die in der Lagerzeit erfolgen, beobachtet.

Es erfolgt nämlich eine Standzeitverlängerung (Teigstabilität des Teiges bei gleichzeitigem Abfall seiner Erweichung, sowie einem Anstieg der Arbeitsgrösse/W/. Nur die Probe mit ca 24 p. 100 Wassergehalt zeigte nach etwa 24 Wochen eine Verschlechterung.

DISKUSSION

In Bedingungen einer hermetischen Lagerung von Weizenkorn erfolgen Änderungen der intergranularen Atmosphäre. Es wird Zunahme der Konzentration von Co_2 und Abnahme des O_2-Anteils festgestellt. Die genannten Änderungen bewirken eine Abnahme der Atmungsgeschwindigkeit des Weizens und führen zu einer Veränderung seiner Atmungstype. Anstatt einer aeroben Atmung tritt ein sauerstofflosses anaerobes oder intermolekulares Atmen ein.

Die Zunahme von CO_2 in der Atmosphäre hemmt nicht nur den Atmungsprozess der pflanzlichen Zellengewebe sondern wirkt sich auch vergiftend auf sie aus Kretovic (1955). Der Lebenskraftabfall im Korn während der gasdichten Lagerung stellt einen Beweis für Einfluss der hoch CO_2 — haltigen Atmosphäre auf das Korn auf. Die Prüfungsergebnisse beweisen, dass einer höheren Feuchtigkeit des Getreides eine desto schneller erfolgende Abnahme der Keimfähigkeit nachfolgt. Aus den Erfahrungen von Kretowit (1955) folgt, dass bei einer 17 p. 100 übersteigenden Kornfeuchtigkeit, der Atmungsindex/CO_2/O_2/ unter 1 abfällt, was auch durch Experimente von Hyde und Oxley (1960) bestätigt wurde. Wir haben in unserer Arbeit eine gewisse Qualitätszunahme des eingelagerten Weizens festgestellt. Dies hängt vermutlich mit einer hydrolytischen Zersetzung von Kornfetten und einer Ansammlung von freien, ungesättigten Fettsäuren zusammen, welche laut einer Theorie von Kozmina (1971) auf den Kleber einen spezifischen Einfluss ausüben. Dasselbe Ereigniss wurde auch durch Švecova und Sosiedov (1958) beobachtet.

Der Abfall des Wasseraufnahmevermögens von Mehl aus luftdicht aufbewahrtem Weizen dürfte mit einer Kräftigung des Klebers als Erfolg der Änderung kolloidaler Eigenschaften dieses Komponents sowie des Rückgangs der Hydratationseigenschaften vom Kleber zusammenhängen.

Die Gehaltsminderung an Saccharose während der Lagerung von feuchtem Getreide ist unzweifelhaft mit dem Anwachsen von reduzierenden Zuckerarten als Folge einer Hydrolyse dieses Doppelzuckers zu deuten. Das Erhalten einer hohen Inhaltsgrösse von reduzierenden Zuckerarten während der hermetischen Lagerung, welche in Prozessen der Fermentation und Atmung am leichtesten festzustellen sind, ist ein Beweis dafür, dass die genannten Prozesse mit geringer Intensität erfolgen.

Bei einer sauerstofflosen Atmung treten bekanntlich Athylalkohol und Kohlendioxyd als Endprodukte des Prozesses auf. Jedoch dürfte man auf Grund einer senso-

rischen Beurteilung der Geruchstönung von hermetisch gelagerten Weizenproben vermuten, dass in deren Atmosphäre ebenfalls auch andere Komponenten auftreten. Wie bekannt können bei einer sauerstofflosen Atmung auch solche Verbindungen wie Acetaldehyd sowie Milch — und Essigsäure auftretenc Kretowič, 1955). Die bisherigen Kenntnisse dieses Bereiches sind weitgehend noch nicht vollständig und weitere Forschungen bezüglich der besprochenen Getreidelagerungsart scheinen sehr notwendig zu sein.

SCHLUSSFOLGERUNGEN

1. Die Mehrheit von Änderungen, welche in feuchtem Getreide während einer hermetischen Lagerung erfolgen, treten in ihrer ersten Wochen auf und zwar umsomehr als die Getreidefeuchtigkeit höher ist.

2. Das Getreide bewahrt eine unveränderte Farbtönung sogar nach 24 Wochen dauernder Lagerung, es nimmt jedoch eine fremde Geruchsart an, welche als Fermentationsgeruch benannt wird und die proportional der Lagerungsdauer und der Getreidefeuchtigkeit an Intensität zunimmt. Bei länger dauernder Lagerung nimmt die Schüttfähigkeit des feuchten Getreides ab.

3. Die Lebensfähigkeit des Getreides verminderte sich mit dem Feuchtigkeitsanstieg und der Lagerungsdauer.

4. Der Gehalt an reduzierenden Zuckerarten wuchs mit dem Anwachsen der Feuchtigkeit und der Lagerungsdauer ; gleichzeitig erfolgte ein Abfall des Saccharosegehaltes. Parallel dem Gehaltzuwachs an reduzierenden Zuckerarten erfolgte eine Gehaltzunahme an eiweisslosem Stickstoff.

5. Die Wasseraufnahmefähigkeit von Mehl aus feuchtgelagertem Getreide verminderte sich mit der Lagerungszeit. Es wurden Tendenzen zur technologischen Qualitätsbesserung von Mehl aus feucht gelagertem Weizen beobachtet. Die Beurteilung erfolgte auf Grund von Farino und Alveogrammen.

RÉSUMÉ

QUELQUES ALTÉRATIONS DU BLÉ HUMIDE STOCKÉ EN SILOS ÉTANCHES

Du blé humide a été stocké en silos étanches en laboratoire. Les effets du stockage sur les propriétés meunières et boulangères furent notés. La plupart des altérations se produisent au cours des quelques mois de stockage, selon le pourcentage d'humidité.

SUMMARY

SOME CHANGES IN DAMP WHEAT STORED HERMETICALLY

Damp wheat has been stored in air-tight containers in the laboratory scale. The effects of storage was judged by milling and baking properties. Most of the changes take place in the few month of storage according to moisture content.

LITERATUR

HYDE M., OXLEY T. A., 1960. Experiments on the airtight storage of damp grain. *Ann. appl. Biol.*, **48** (4). 687-710.

KOZMINA N. P., 1971. *Biochemie der Bäckerei.* Biochimija chlebopečenia, Moskwa, Piščevaja promyslennost 1971.

KRETOWIČ W., 1955. *Biochemie der Pflanzen.* Biochemia Roślin, Warszawa.

ŠVECOVA W. A., SOSIEDOV N. I., 1958. Biochemičeske izmenienia pri dlitelnom chraneni pšenicy w germetičeskich usloviach. Biochimija zierna, **4**, 229-240. *Biochemische Anderungen in langwährender Lagerung von Weizen in hermetischen Verhältnissen.*

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (4), 727-743.

MAÏS-GRAIN HUMIDE CONSERVÉ SOUS VIDE

J. LE DÛ

C. N. E. E. M. A.,
Montoldre,
03150 Varennes sur Allier (France)

RÉSUMÉ

Le préstockage du maïs humide avant le passage au séchoir permet d'éviter les engorgements au stade réception en coopérative et permet une utilisation plus rationnelle du séchoir. La réalisation de ce préstockage sous vide pourrait être envisagée.

A cet effet, plusieurs expérimentations sont tentées, en cuveau étanche et sous enveloppe souple (butyl). Du maïs-grain à des teneurs en eau de 29, 33 et 34 p. 100 est conservé pendant 45 jours sous vide (10 torrs à 460 torrs).

Des analyses *in vitro* et *in vivo* permettent de suivre la qualité du grain ainsi traité.

Les évolutions de la microflore sont voisines de celles observées au cours d'un stockage en atmosphère confinée.

La fraction glucidique du maïs conservé sous vide subit une altération illustrée par une diminution de la quantité de sucres alcoolo-solubles et une augmentation de la vitesse initiale d'amylolyse. *In vivo*, sur agneaux, l'indice de consommation est bas et la vitesse de croissance est très bonne.

La récolte du maïs-grain, en France, fournit un grain dont la teneur en eau est élevée : 30 à 40 p. 100 d'eau par rapport à la matière humide. Ce grain doit être séché très rapidement. Au moment de la récolte, les organismes stockeurs reçoivent un apport massif de grain et utilisent pour le traiter la méthode du double passage au séchoir qui se décompose en quatre opérations successives :

— un stockage du grain humide en cellule ventilée en attente de séchage ;
— un premier passage au séchoir qui abaisse la teneur en eau du grain à 25 p. 100 ;
— un stockage en cellule ventilée ;
— un deuxième passage au séchoir qui ramène la teneur en eau du grain à 18, 16 ou 15 p. 100 d'eau par rapport à la matière humide.

Le premier stockage du grain humide, en attente de séchage, est l'occasion d'accidents possibles car le temps de stockage en cellule ventilée doit être très court,

de l'ordre de 2 à 3 jours, et les débits d'air peuvent être insuffisants pour de multiples causes.

D'autre part, l'utilisation rationnelle d'un séchoir serait résolue si le temps de stockage du grain humide en attente de séchage pouvait être porté à un ou deux mois.

La conservation du grain humide dans une enveloppe souple, sous vide, semble être une solution possible à ce problème.

Par ailleurs, beaucoup d'agriculteurs producteurs de maïs et éleveurs désireraient utiliser leur maïs pour l'alimentation animale, en le distribuant humide. Ici, également, cette méthode de conservation sous vide pourrait être proposée.

Des expérimentations, antérieures à 1968, sur du maïs-grain humide conservé sous vide dans des poches de polyéthylène, avaient montré que ces enveloppes souples ne résistaient pas aux pressions de l'ordre de quelques torrs ou présentaient une trop forte perméabilité à l'oxygène de l'air ambiant. En fait, le grain avait subi des dégradations.

Il fallait donc, pour tester l'aspect qualitatif de la méthode, utiliser dans un premier temps une enceinte métallique étanche. C'est sur cette base qu'ont été entreprises les expérimentations réalisées durant les campagnes 1968-1969-1970 et qui sont relatées ci-après. En 1970 et 1972, des enveloppes souples de butyl sont expérimentées.

I. — EXPÉRIMENTATION 1968

Elle a pour but l'analyse qualitative *in vitro* d'un maïs-grain humide conservé sous vide pendant 45 jours. L'enceinte utilisée est un cuveau métallique étanche de 1 m³ de contenance qui est rempli avec du maïs-grain à 29 p. 100 d'eau par rapport à la matière humide. Le vide est entretenu entre 40 et 460 torrs.

L'évolution des températures du maïs, les fréquences de pompage vide et les temps de pompage sont reportés sur la fig. 1. Elle montre que les températures du maïs suivent la température ambiante et qu'il n'y a pas eu d'échauffement.

Durant les 45 jours de conservation, l'odeur des gaz d'échappement de la pompe à vide est notée. Au cours des 15 premiers jours, l'odeur est alcoolisée, puis apparaît une odeur acide qui devient prédominante au bout de 20 jours. Après 30 jours de conservation, une légère odeur putride est perceptible. Celle-ci s'accentue quelque peu au fur et à mesure.

L'analyse de la microflore réalisée par Mme POISSON (Service Microbiologie de la Station de Biochimie et Physico-Chimie des Céréales, I. N. R. A., au C. E. R. D. I. A.) montre que les bactéries lactiques se multiplient de façon significative, les levures évoluent peu et les moisissures ont tendance à diminuer. L'évolution de la microflore est voisine de celle observée au cours du stockage en atmosphère confinée.

Les analyses de la fraction glucidique alcoolosoluble du dosage de l'amidon, de la mesure de la sensibilité à l'α-amylase de l'amidon à l'état cru, faites par Mme TOLLIER (Station de Biochimie et Physico-Chimie des Céréales I. N. R. A., au C. E. R. D. I. A.) apportent les résultats suivants : la fraction glucidique alcoolosoluble évolue (fig. 2). On note une diminution importante de cette fraction pour le maïs conservé sous vide, caractérisée par une évolution du glucose, une diminution du saccharose et

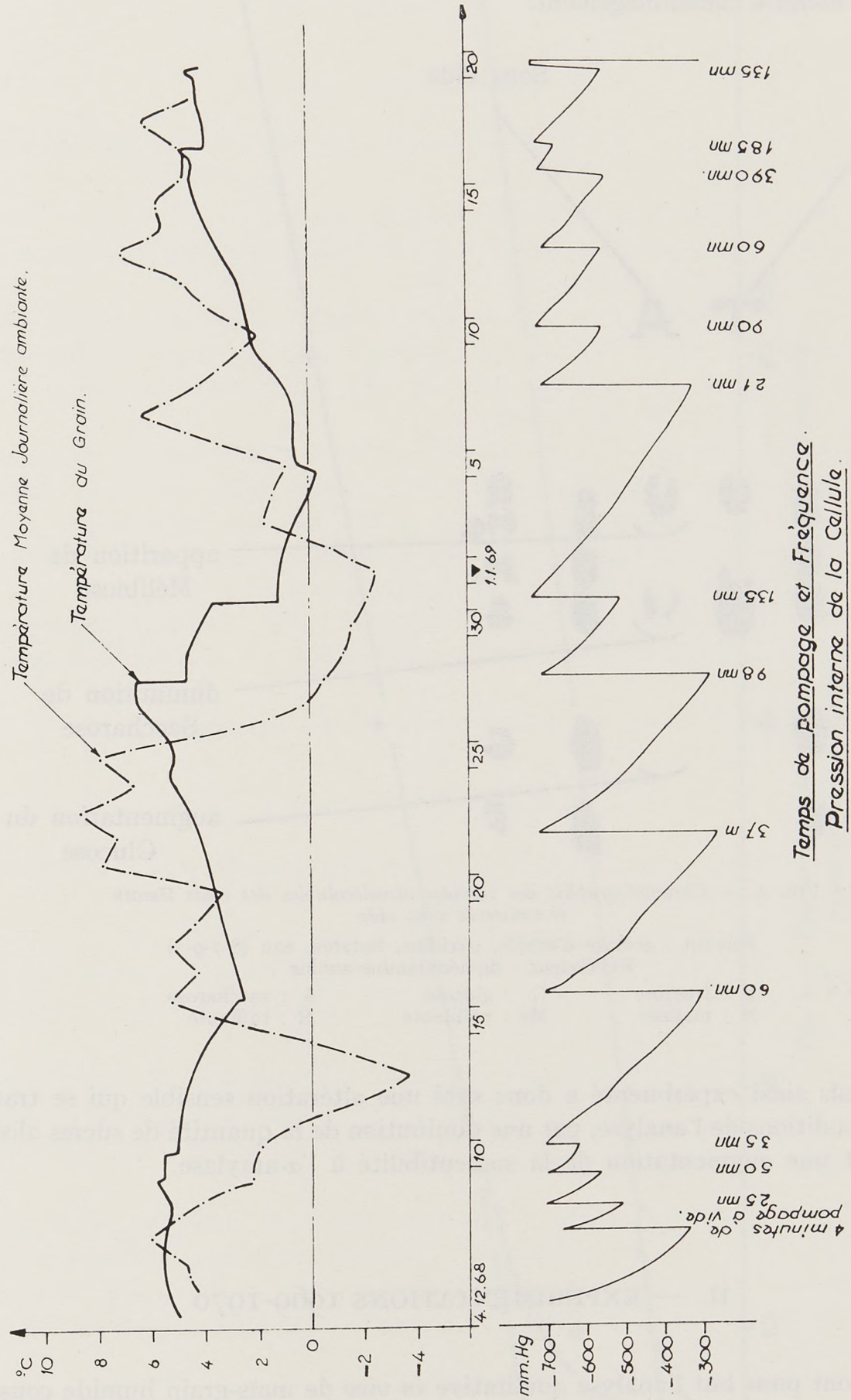


FIG. 1. — *Température du maïs-grain humide sous vide*

une apparition de mélibiose. Le dosage de l'amidon ne donne pas de différence significative. La sensibilité à l'α-amylase (fig. 3) montre que le maïs conservé sous vide a subi un début d'endommagement.

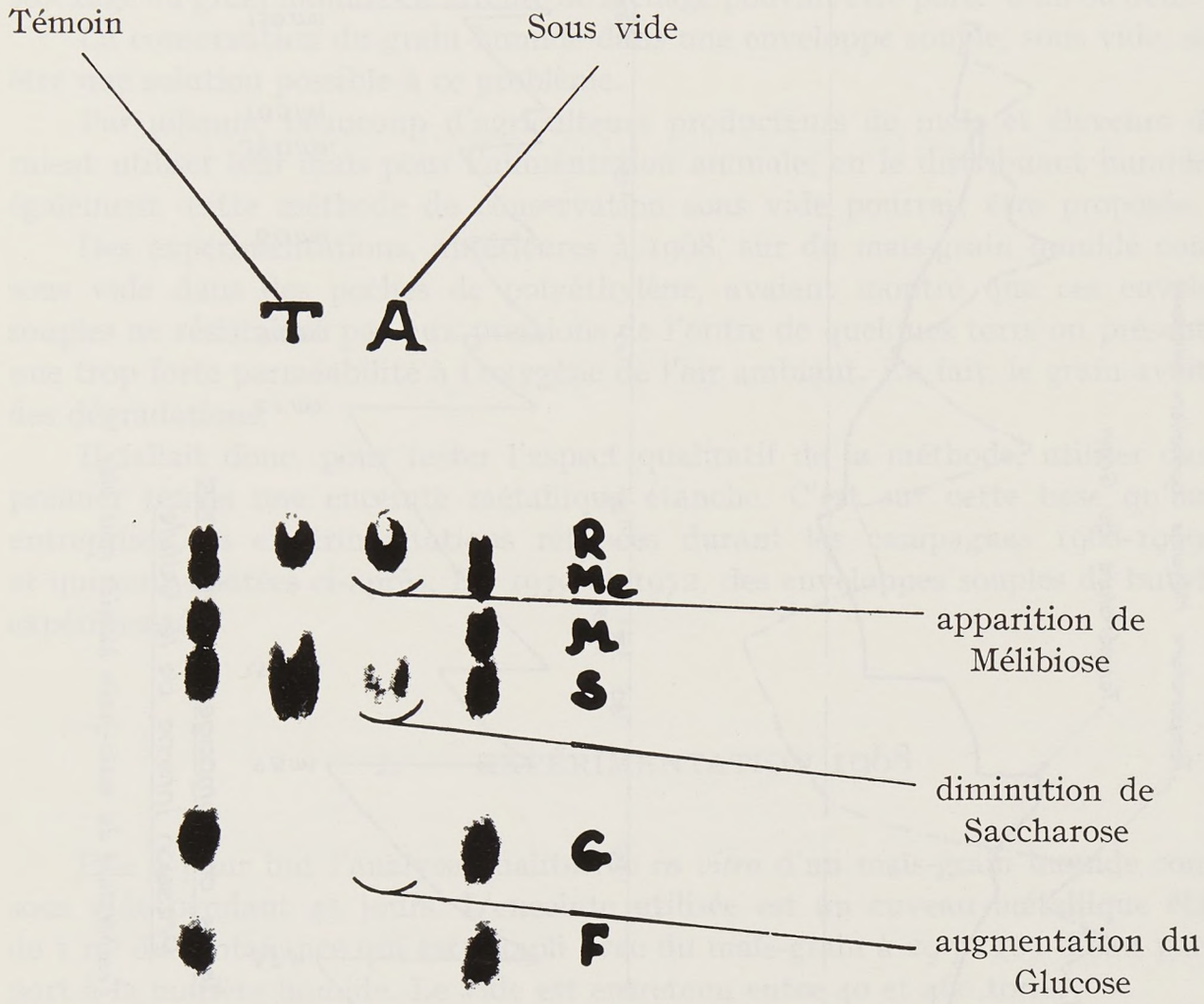


FIG. 2 — *Chromatographie des glucides alcoolosolubles des maïs témoin et conservés sous vide*

Solvant : acétate d'éthyle, pyridine, butanol, eau (8-7-9-5)
Révélateur : diphénylamine-aniline

F : fructose G : glucose S : saccharose
M : maltose Me : mélibiose R : raffinose

Le maïs ainsi expérimenté a donc subi une altération sensible qui se traduit, dans les conditions de l'analyse, par une diminution de la quantité de sucres alcoolosolubles et une augmentation de la susceptibilité à l'α-amylase.

II. — EXPÉRIMENTATIONS 1969-1970

Elles ont pour but l'analyse qualitative *in vivo* de maïs-grain humide conservé sous vide pendant 45 à 60 jours. Ces analyses portent sur la valeur alimentaire pour l'engraissement de l'agneau et sont réalisées par THERIEZ au C. R. Z. V. de Theix, INRA.

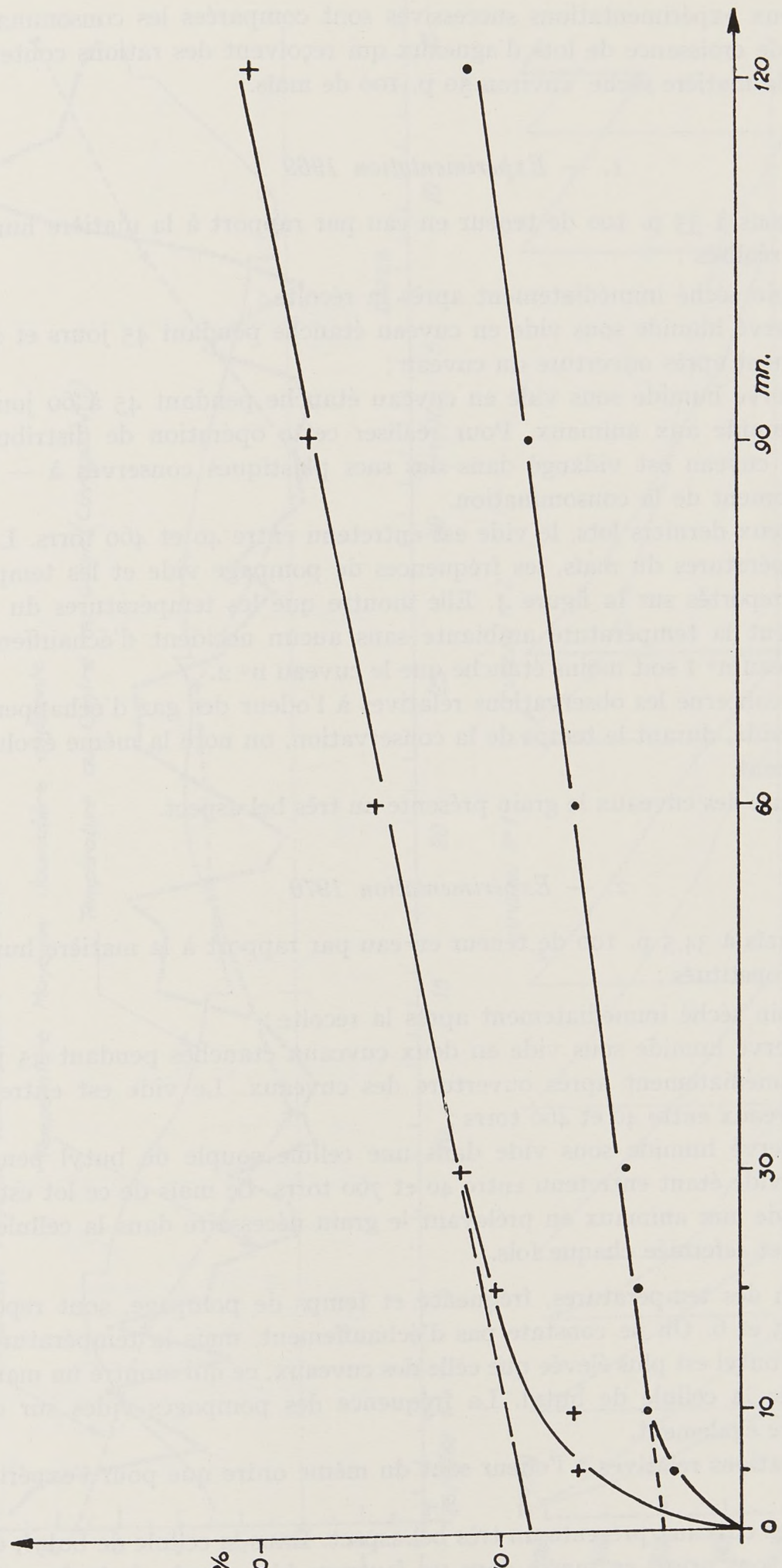


FIG. 3. — *Courbes d'α-amylolyse des maïs témoin et conservés sous vide*

VI : vitesse initiale à 5 minutes ;
VF : vitesse finale à 60 minutes et ramenée à 5 minutes;
FFH : fraction facilement hydrolysée.

Toutes ces valeurs sont exprimées en amidon dégradé p 100 de la substance sèche

Sur les deux expérimentations successives sont comparées les consommations et les vitesses de croissance de lots d'agneaux qui reçoivent des rations contenant, sur la base de la matière sèche, environ 50 p. 100 de maïs.

1. — *Expérimentation 1969*

Avec du maïs à 33 p. 100 de teneur en eau par rapport à la matière humide, trois lots sont réalisés :

— un lot témoin séché immédiatement après la récolte ;
— un lot conservé humide sous vide en cuveau étanche pendant 45 jours et séché immédiatement après ouverture du cuveau ;
— un lot conservé humide sous vide en cuveau étanche pendant 45 à 60 jours et distribué humide aux animaux. Pour réaliser cette opération de distribution, le grain du cuveau est vidangé dans des sacs plastiques conservés à — 20°C jusqu'au moment de la consommation.

Pour ces deux derniers lots, le vide est entretenu entre 40 et 460 torrs. L'évolution des températures du maïs, les fréquences de pompage vide et les temps de pompage sont reportés sur la figure 4. Elle montre que les températures du maïs sous vide suivent la température ambiante sans aucun accident d'échauffement, bien que le cuveau n° 1 soit moins étanche que le cuveau n° 2.

En ce qui concerne les observations relatives à l'odeur des gaz d'échappement de la pompe à vide, durant le temps de la conservation, on note la même évolution que précédemment.

A l'ouverture des cuveaux le grain présente un très bel aspect.

2. — *Expérimentation 1970*

Avec du maïs à 34,5 p. 100 de teneur en eau par rapport à la matière humide trois lots sont constitués :

— un lot témoin séché immédiatement après la récolte ;
— un lot conservé humide sous vide en deux cuveaux étanches pendant 45 jours et séché immédiatement après ouverture des cuveaux. Le vide est entretenu sur les 2 cuveaux entre 40 et 460 torrs ;
— un lot conservé humide sous vide dans une cellule souple de butyl pendant 45 jours, le vide étant entretenu entre 40 et 760 torrs. Le maïs de ce lot est distribué humide aux animaux en prélevant le grain nécessaire dans la cellule qui est ouverte et refermée chaque fois.

L'évolution des températures, fréquence et temps de pompage, sont reportés sur les figures 5 et 6. On ne constate pas d'échauffement, mais la température du grain en cellule butyl est plus élevée que celle des cuveaux, ce qui montre un manque d'herméticité de la cellule de butyl. La fréquence des pompages vides sur cette cellule le montre également.

Les observations relatives à l'odeur sont du même ordre que pour l'expérience précédente.

Le grain des cuveaux présente un très bel aspect. Dans la cellule de butyl, deux zones de grain sont prises en masse dans un feutrage blanc, près de la fermeture,

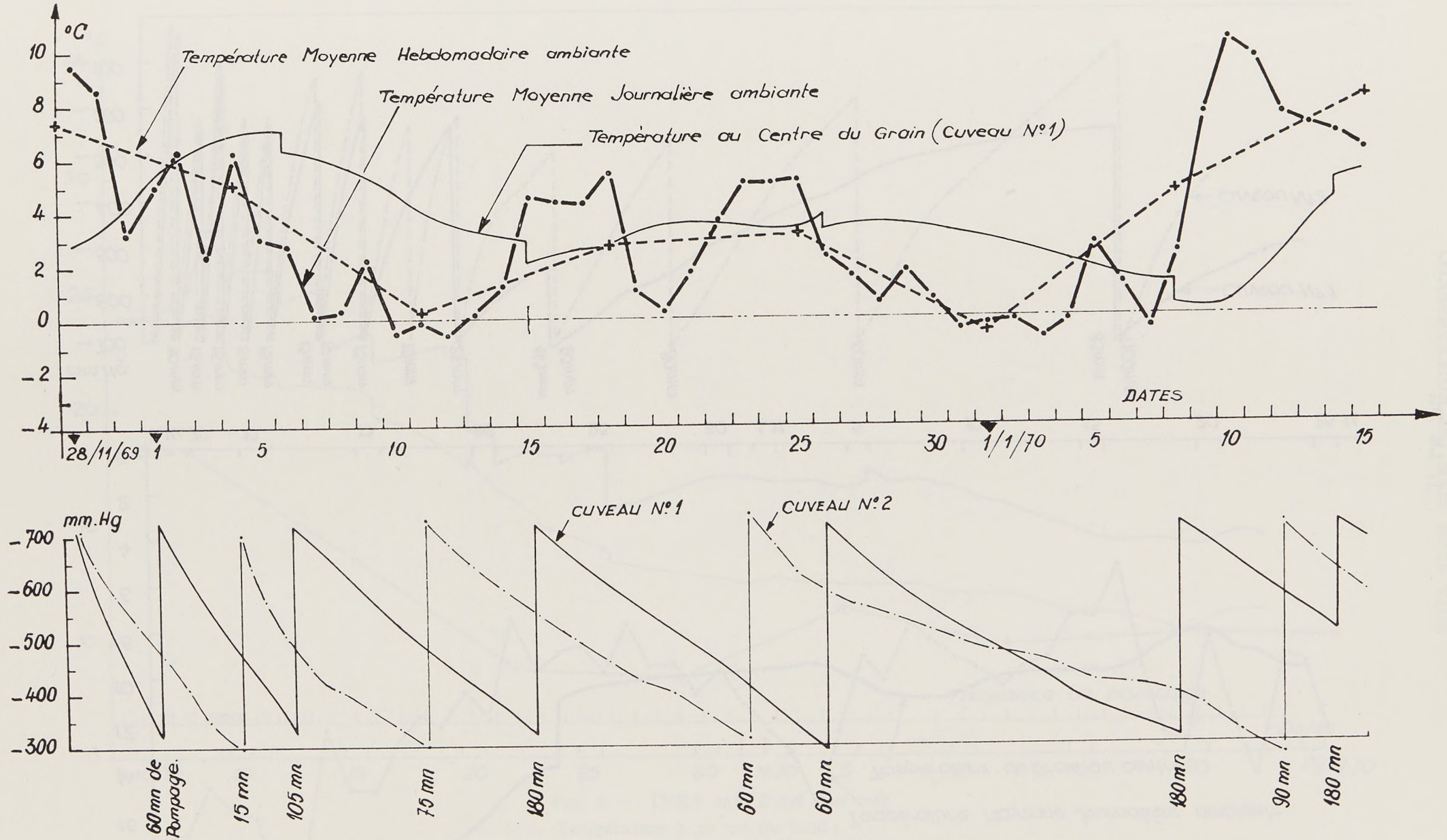


FIG. 4. — *Évolution de la température du maïs-grain humide sous vide*

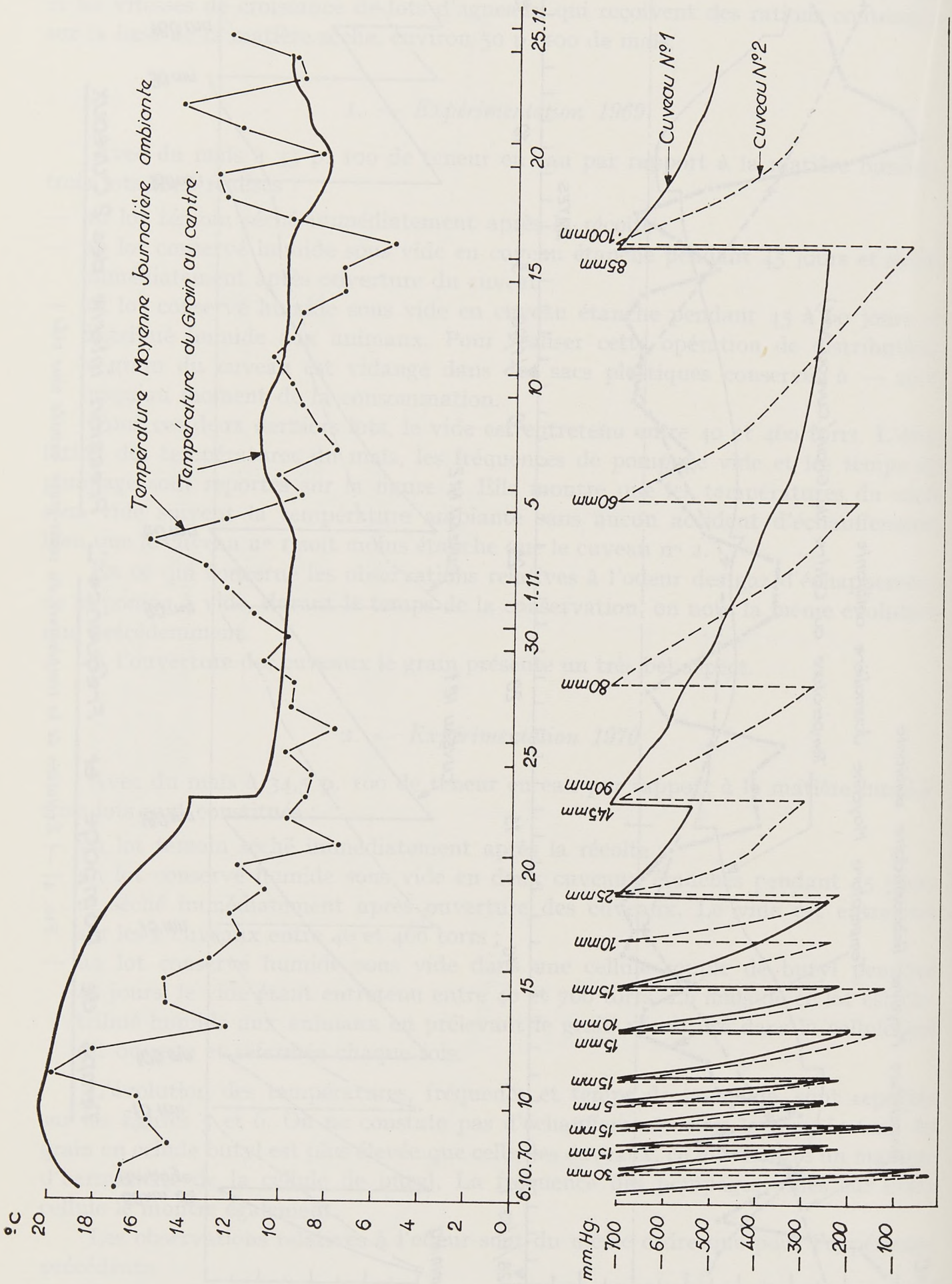


FIG. 5. — *Température du maïs-grain humide sous vide*
Cuveau n° 1

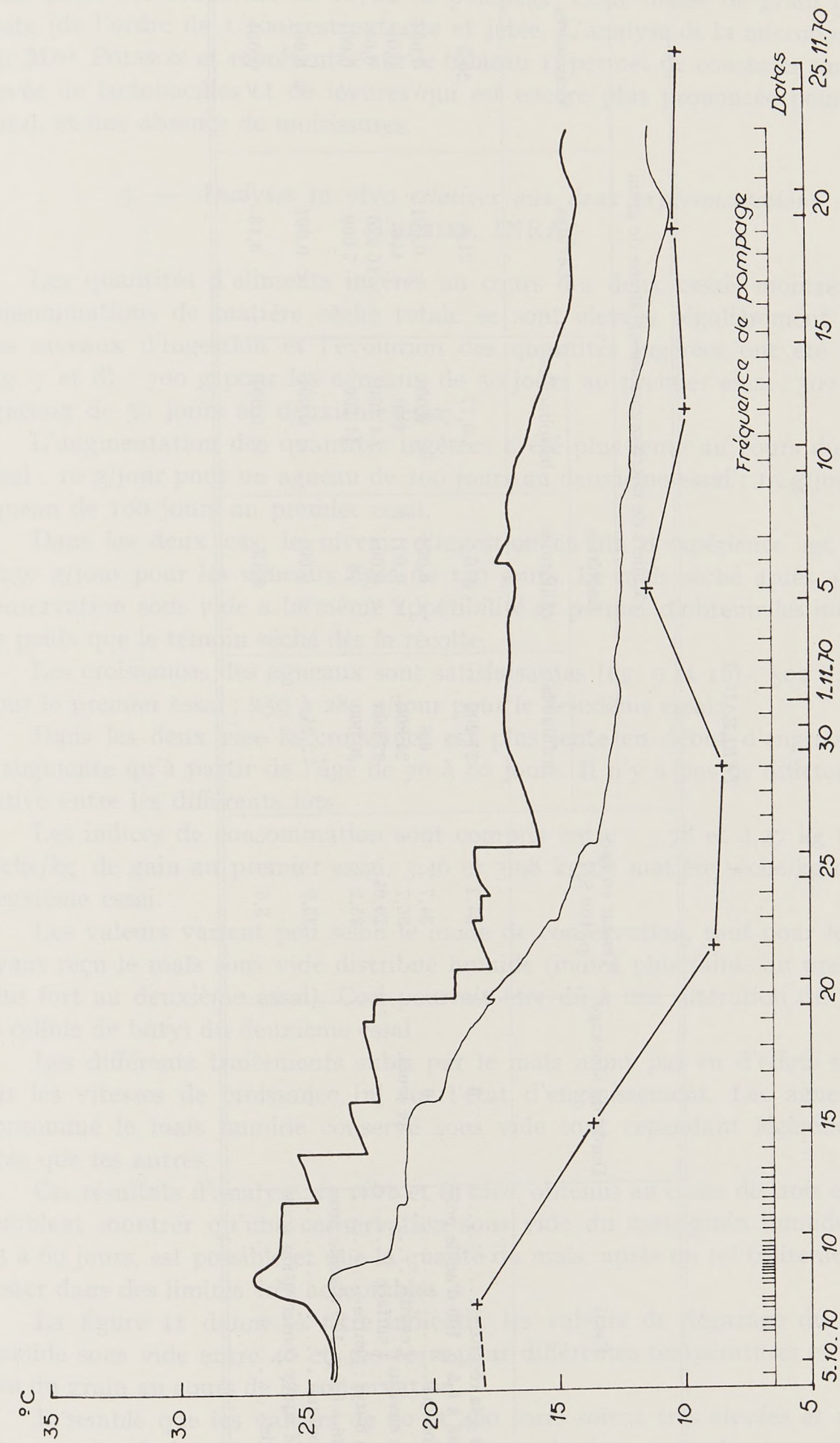


FIG. 6. — INRA 258. *Butyl sous vide*
Température à 30 cm du fond ;
Température à 30 cm de la surface ;
Température ambiante moyenne hebdomadaire.

TABLEAU I

Essai	Durée de stockage	Teneur en eau p. 100 SH.	Milliers de micro-organismes/gramme de grain				
			Bactéries			Levures	Moisissures
			ordinaires	coliformes	lactobacilles		
Maïs à la récolte	0	34,2	21 200	376	0,27	21,6	20,3
Traité à 0,5 p. 100 d'acide propionique	0	34,7	0,8	< 0,001	< 0,001	< 0,001	< 0,001
Vide cuveau { centre	44 jours	36,7	24 800	< 0,001	960	140	0,04
surface	—	29,04	27 600	< 0,001	1 160	16 080	0,04
Vide butyl : centre	—	35,2	30 000	46	11 200	7 000	< 0,001
Traité à 0,5 p. 100 d'acide propionique	—	33,9	3,24	< 0,001	< 0,001	< 0,001	< 0,001
Séché après conservation sous vide	—	8,6	3	0,13	< 0,001	0,13	< 0,001

ainsi qu'au raccordement du tuyau de pompage. Cette masse de grain peu importante (de l'ordre de 1/100) est extraite et jetée. L'analyse de la microflore, réalisée par Mme Poisson et représentée sur le tableau 1, permet de constater une quantité élevée de lactobacilles et de levures qui est encore plus prononcée pour la cellule butyl, et une absence de moisissures.

3. — *Analyses* in vivo *relatives aux deux expérimentations* (Theriez, INRA.)

Les quantités d'aliments ingérés au cours des deux essais montrent que les consommations de matière sèche totale se sont élevées régulièrement au début. Les niveaux d'ingestion et l'évolution des quantités ingérées ont été différentes (fig. 7 et 8) : 700 g pour les agneaux de 50 jours au premier essai ; 500 g pour les agneaux de 50 jours au deuxième essai.

L'augmentation des quantités ingérées a été plus lente au cours du deuxième essai : 10 g/jour pour un agneau de 100 jours au deuxième essai ; 15 g/jour pour un agneau de 100 jours au premier essai.

Dans les deux cas, le niveau d'ingestion en fin d'expérience est voisin de 1 250 g/jour pour les agneaux âgés de 140 jours. Le maïs séché après 45 jours de conservation sous vide a la même appétibilité et permet d'obtenir les mêmes gains de poids que le témoin séché dès la récolte.

Les croissances des agneaux sont satisfaisantes (fig. 9 et 10) : 302 à 330 g/jour pour le premier essai ; 259 à 285 g/jour pour le deuxième essai.

Dans les deux cas, la croissance est plus lente en début d'engraissement et n'augmente qu'à partir de l'âge de 70 à 80 jours. Il n'y a pas de différence significative entre les différents lots.

Les indices de consommation sont compris entre : 3,78 et 4,27 kg de matière sèche/kg de gain au premier essai, 3,46 et 3,98 kg de matière sèche/kg de gain au deuxième essai.

Les valeurs varient peu selon le mode de conservation, sauf pour les agneaux ayant reçu le maïs sous vide distribué humide (indice plus faible au premier essai, plus fort au deuxième essai). Ceci pourrait être dû à une altération du grain dans la cellule de butyl du deuxième essai.

Les différents traitements subis par le maïs n'ont pas eu d'effets significatifs sur les vitesses de croissance, ni sur l'état d'engraissement. Les agneaux ayant consommé le maïs humide conservé sous vide sont cependant légèrement moins gras que les autres.

Ces résultats d'analyse, *in vitro* et *in vivo*, obtenus au cours de trois campagnes, semblent montrer qu'une conservation sous vide du maïs-grain humide, pendant 45 à 60 jours, est possible et que la qualité du maïs, après un tel traitement, semble rester dans des limites très acceptables.

La figure 11 donne, à titre indicatif, les valeurs de dégazage du maïs-grain humide sous vide entre 40 et 460 torrs pour différentes températures et teneurs en eau du grain au cours de la conservation.

Il semble que les valeurs de 40 et 460 torrs soient très élevées et qu'un vide plus proche de la valeur de la pression atmosphérique permette une conservation du grain humide.

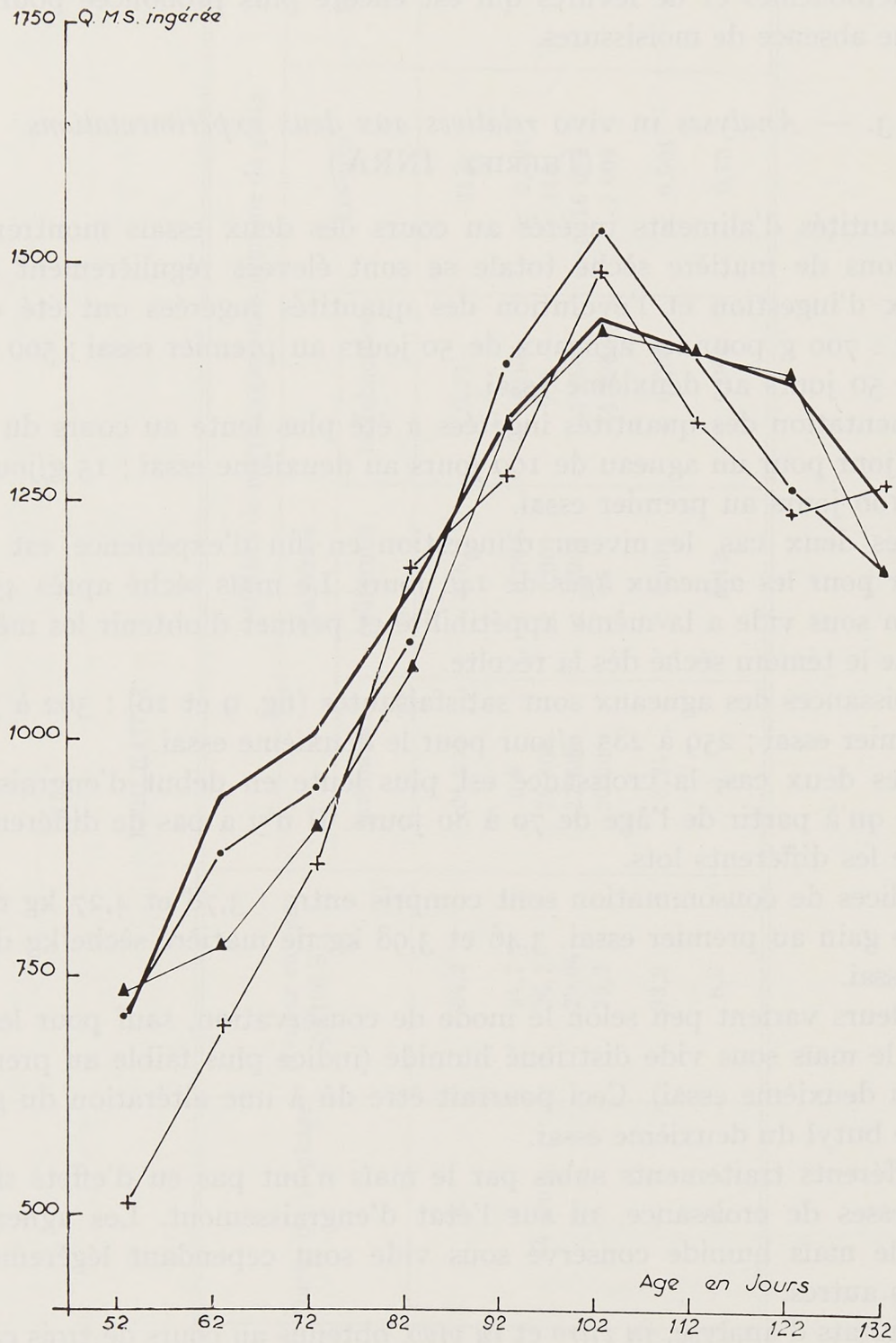


FIG. 7. — *Quantité de matière sèche ingérée*
1re série

Maïs :
▲——▲ Humide conservé sous vide ;
+——+ Séché après conservation sous vide ;
●——● Propionique ;
——— Témoin séché dès la récolte.

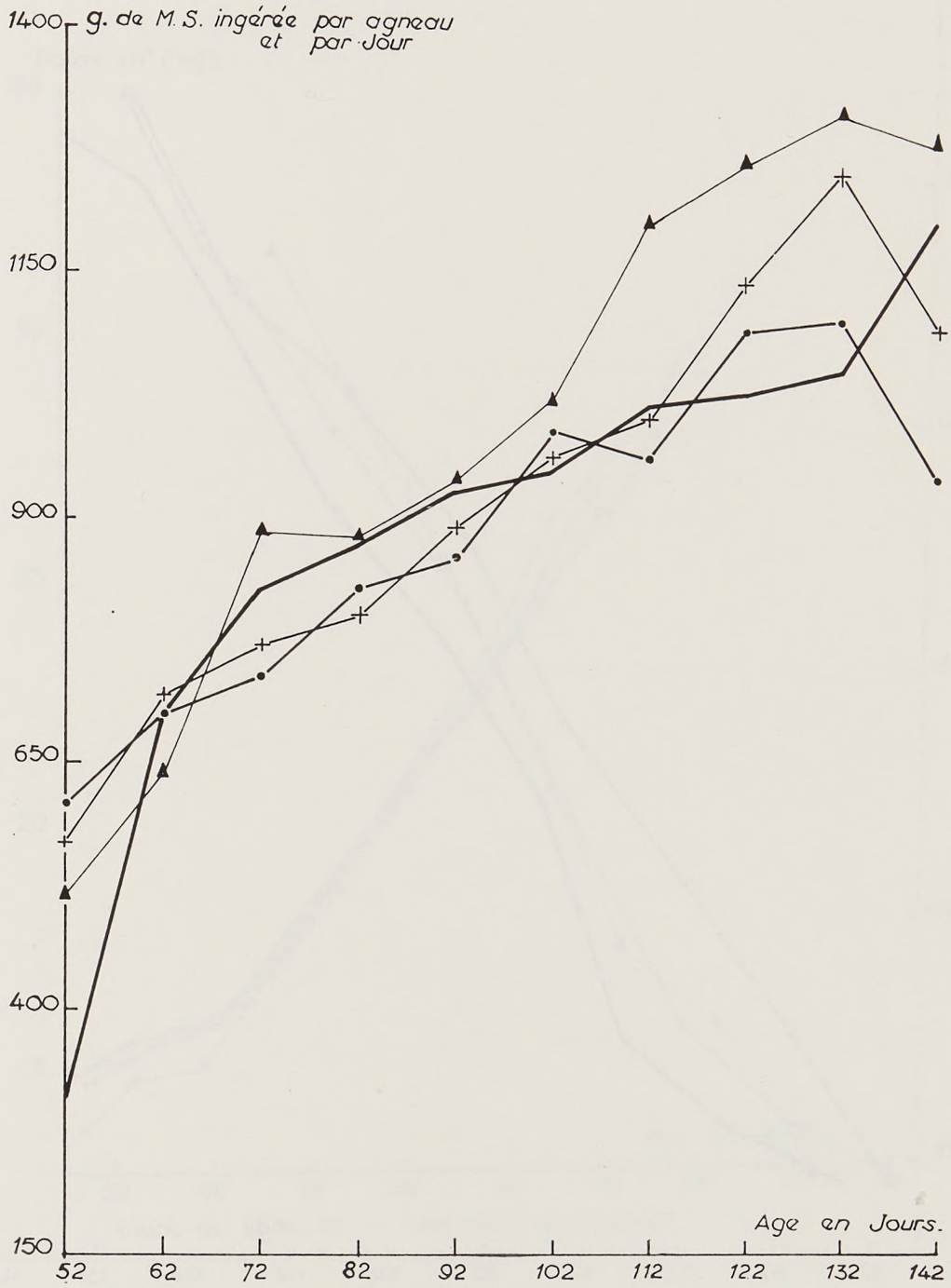


FIG. 8. — *Quantité de matière sèche ingérée*
2e série
(légende : cf. fig. 7)

FIG. 9. — *Croissance des agneaux*
1re série

Maïs :
▲——▲ Humide conservé sous vide ;
+——+ Séché après conservation sous vide ;
●——● Propionique ;
——— Témoin séché dès la récolte.

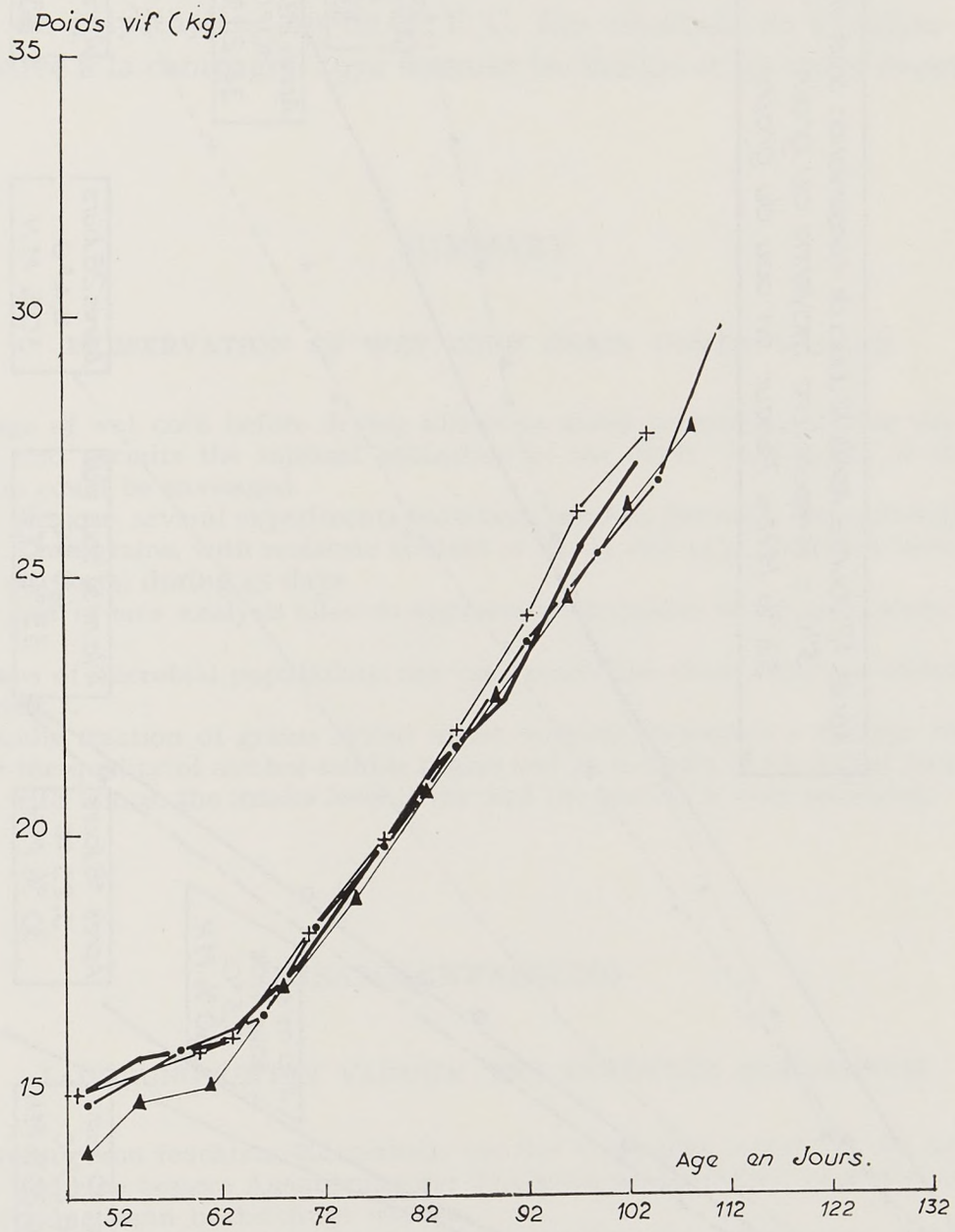


FIG. 10. — *Croissance des agneaux*
2e série
(légende : cf. fig. 9)

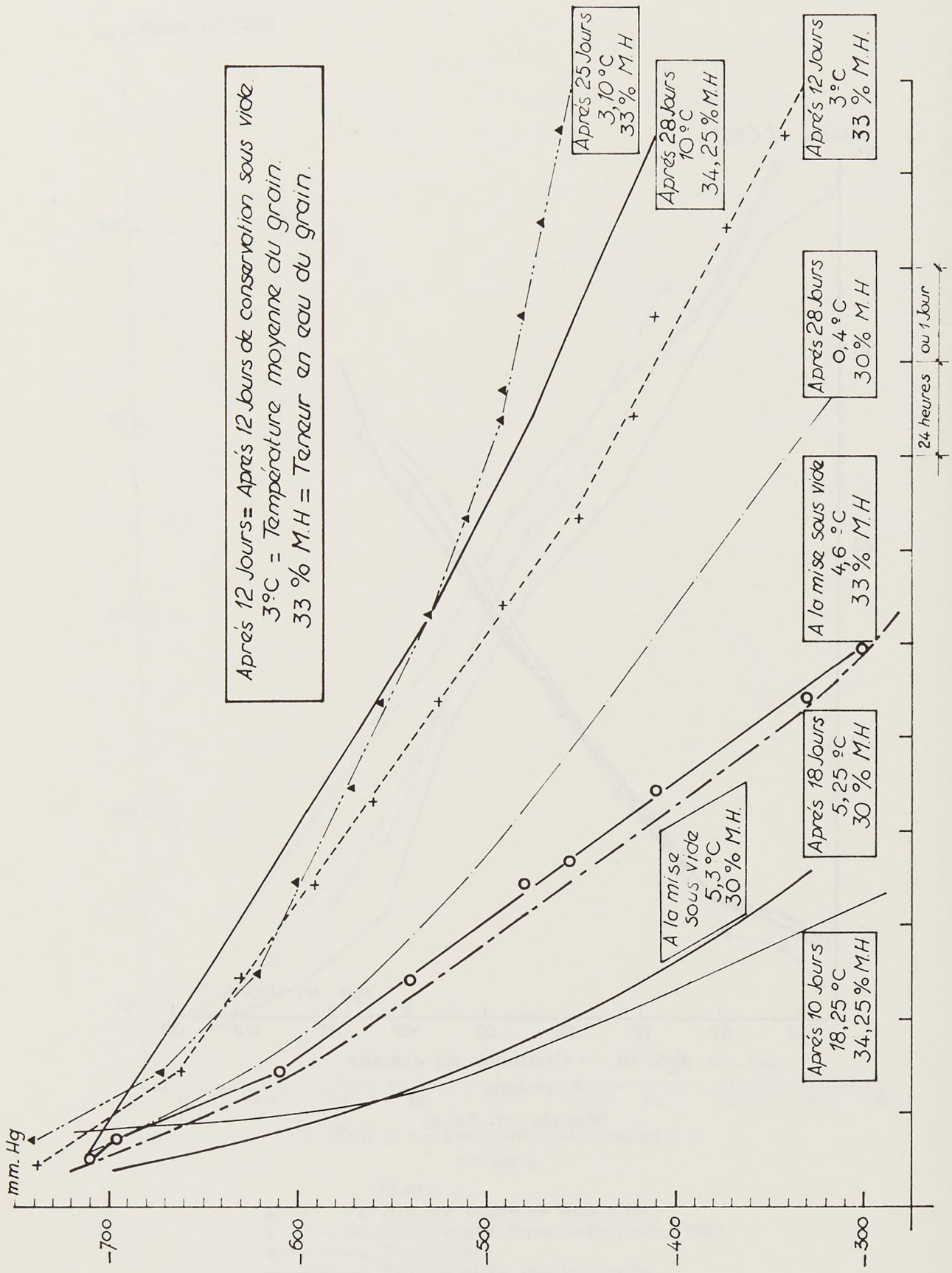


FIG. 11. — *Maïs-grain humide 30 à 34,2 p. 100 M. H.* INRA 258
Dégazage du maïs-grain humide sous vide en cuveau
o mm Hg = Pression atmosphérique

C'est dans cette voie qu'a été réalisée l'expérimentation de 1972 au cours de laquelle un cuveau métallique et deux poches de butyl contenant du maïs-grain humide à 40 p. 100 de teneur en eau par rapport à la matière humide ont été mis sous vide, entretenu automatiquement entre 605 et 655 torrs, pendant plus de deux mois. A la lumière des premiers tests *in vivo* réalisés sur taurillons à l'engrais, il semble que ces valeurs pourraient être encore plus proches de 760 torrs, ce qui permettrait d'envisager une conservation de maïs-grain humide sous vide dans des enveloppes de polyéthylène ou de P. V. C. Les résultats de l'analyse qualitative *in vitro* relative à la campagne 1972 fixeront les limites et les choix éventuels.

SUMMARY

PRESERVATION OF WET CORN GRAIN UNDER VACUUM

Prestorage of wet corn before drying allows to avoid congestions during the reception at the elevator and permits the rational utilization of the dryer. Realization of this prestorage under vacuum could be envisaged.

For this purpose, several experiments have been made in hermetic bins and in flexible plastic films (butyl). Corn grains, with moisture content of 29, 33 and 34 p. 100, have been stored under vacuum (10-460 torrs) during 45 days.

In vitro and *in vivo* analysis allow to appreciate the quality of the grain under these storage conditions.

Evolutions of microbial populations are very much like those observed under airtight storage conditions.

The glucidic fraction of grains stored under vacuum undergoes a damage which includes a decrease of the quality of alcohol-soluble sugars and an increase of the initial amylolysis speed.

In vivo, with lambs, the intake level is low and the growth is very satisfying.

ZUSAMMENFASSUNG

LAGERUNG UNTER VAKUUM VON FEUCHTEM KORNERMAIS

Die Lagerung von feuchtem Körnermais vor der Trocknung erlaubt es die Annahmestellen zu entlasten und eine bessere Ausnutzung der Trocknungsanlage. Eine Lagerung unter Vakuum vor der Trocknung kann beabsichtigt werden.

Zu diesem Zweck wurden mehrere Versuche in geschlossenen Zellen und in Butyl-Behältern durchgeführt. Körnermais mit 29, 33 und 34 p. zent Wassergehalt wurde 45 Tage lang unter Vakuum von 10 bis 460 Torr gelagert.

Die Kornqualität wird durch Analyse *in vitro* und *in vivo* geprüft.

Die Entwicklung der Mikroflora unter den oben angeführten Bedingungen ist der in geschlossener Luft gelagerten Körner ähnlich.

Die Kohlenhydrate des unter Vakuum gelagerten Körnermais weisen eine Veränderung auf, welche die Abnahme der alkohollöslischen Zucker und eine Zunahme der Anfangsgeschwindigkeit der Amylolyse sichtbar wird. Bei Lämmern wurde *in vivo* eine niedrige Futteraufnahme festgestellt, aber die Wachstumsgeschwindigkeit war sehr gut.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (4), 745-750.

LE PROBLÈME DE LA CONSERVATION DES GRAINS EN TCHÉCOSLOVAQUIE

J. MALER

Institut pour la Recherche de la Technique agricole, Prague (Tchécoslovaquie)

RÉSUMÉ

En Tchécoslovaquie, 80 p. 100 des céréales récoltées ont un degré d'humidité supérieur à 15 p. 100 — la plupart du temps l'humidité moyenne est de 18 p. 100 — en période normale de récolte. Il n'est nullement exceptionnel d'avoir des lots de 24 p. 100 d'humidité et même plus.

Les projets à long terme portent principalement sur la conservation des céréales par séchage à air chaud dans des séchoirs à flux verticaux pouvant sécher 20 tonnes/heure et 40 tonnes/heure, en extrayant 6 p. 100 d'humidité.

Les projets à court terme n'excluent pas l'utilisation d'autres méthodes de conservation qui demandent moins d'investissements. En Tchécoslovaquie, les méthodes suivantes de conservation ont pu être appliquées ou sont actuellement à l'étude.

1. Méthodes basées sur la diminution de l'humidité par : *a*) réduction rapide de l'humidité dans des séchoirs à flux verticaux, c'est-à-dire la méthode la plus usuelle ; *b*) réduction moyenne d'humidité grâce à l'air conditionné par générateurs de chaleur et système à aération ; *c*) réduction lente d'humidité grâce à l'air non-conditionné soufflé dans le système d'aération par un ventilateur actionné par un contrôleur thermohydraulique.

2. Méthodes basées sur la réduction de température : *a*) un système de réduction rapide de température n'a pas été développé ; *b*) réduction moyenne de température à l'aide d'un système d'aération et d'un groupe de refroidissement ; *c*) réduction lente de la température à l'aide d'un système de ventilation et d'aération.

3. Méthodes de conservation chimique, surtout avec l'acide propionique.

4. Méthodes de conservation dans un environnement inactif.

Les principaux résultats obtenus en Tchécoslovaquie sont fournis en ce qui concerne les méthodes mentionnées ci-dessus.

Si l'on étudie les conditions climatiques dans lesquelles se déroulent les récoltes en Tchécoslovaquie, on constate sur une longue période que les conditions pluvieuses prédominent. En effet, 20 p. 100 seulement des grains, sur la quantité totale récoltée, accusent une teneur en eau inférieure à 15 p. 100 (valeur correcte pour le stockage), cependant que 80 p. 100 environ des grains récoltés doivent être entreposés. La

conception actuellement en vigueur sur le développement de la technique agricole veut que le séchage du grain doit constituer, en Tchécoslovaquie, la méthode prépondérante de conservation d'ici à 1990, les autres méthodes, au contraire, n'ayant plus à cette date qu'une importance secondaire.

I. — LE SÉCHAGE DU GRAIN PAR AIR CHAUD, MÉTHODE DE CONSERVATION DE LONGUE DURÉE

Actuellement prédominent les séchoirs à air chaud d'une puissance de 3 à 8 tonnes/heure, assurant une perte d'eau de 4 à 6 p. 100 ; or, dans le développement ultérieur, la primauté est donnée aux séchoirs beaucoup plus puissants, 20 à 40 tonnes/heure, assurant une perte d'eau de 6 p. 100. En accord avec les tendances mondiales actuelles, on prévoit l'installation de séchoirs à air chaud à chauffage indirect qui seront fabriqués en série avec des puissances unifiées. Pour le séchage des céréales fourragères, on adopte les séchoirs à tambours rotatifs, d'après la licence française Promill, en particulier le type BS-6.

A. — *Impératifs liés à l'état sanitaire du grain*

Dans les séchoirs à air chaud, le grain est séché au moyen d'un milieu gazeux qui jusqu'à présent se compose d'une part d'air chaud et d'autre part des produits de combustion qui comprennent des hydrocarbures polycycliques, dont certains sont cancérigènes. Lorsqu'on utilise le gaz naturel, la teneur en matières nocives est faible ; plus importante avec le « fuel-oil » léger, elle devient considérable quand on utilise les combustibles solides, notamment le lignite. C'est la raison pour laquelle les séchoirs nouvellement développés en Tchécoslovaquie doivent être du type à chauffage indirect, grâce à l'utilisation d'échangeurs thermiques, sauf dans le cas où le combustible utilisé est le gaz naturel. Ainsi le grain est à l'abri de la pollution par les produits de combustion.

B. — *Gamme de puissance unifiée des séchoirs à air chaud à gravité*

En Tchécoslovaquie on poursuit le développement des séchoirs à air chaud à gravité dans l'entreprise nationale T. M. S., à Pardubice. Ces séchoirs diffèrent de la plupart des appareils étrangers à gravité en ce qu'ils utilisent des échangeurs thermiques évitant la contamination des grains et des systèmes à dépression assurant un milieu de travail non poussiéreux.

La gamme unifiée comprend trois degrés de puissance.

a) *40 tonnes/heure.*

humidité initiale des céréales : 19 p. 100 ;
humidité finale : 15 p. 100 ;
rendement en eau évaporée : 1 884 kg/heure ;
rendement des échangeurs de chaleur : 1,5 à 2,5 millions cal/heure ;

consommation d'énergie électrique avec le système de dépression : 210 kWh ;
consommation d'énergie électrique avec le système habituel : 145 kWh ;
température réglable de 75 à 150°C.

b) *20 tonnes/heure.*

rendement en eau évaporée : 942 kg/heure ;
consommation d'énergie électrique avec le système à dépression : 102 kWh.

c) *10 tonnes/heure.*

rendement en eau évaporée : 478 kg/heure ;
consommation d'énergie électrique avec le système à dépression : 75 kWh.

Pour faire face aux conditions actuelles de la production agricole à grande échelle, concentrée et spécialisée, on prévoit l'établissement de chaînes traitant les céréales après la récolte et dont la puissance serait de 20 à 40 tonnes/heure.

C. — *Adaptation des séchoirs à tambours rotatifs au séchage du grain*

La Tchécoslovaquie fabrique, sous licence française, des séchoirs à tambours rotatifs de la firme Promill. Ces séchoirs, adaptés au séchage des grains, donnent à peu près les résultats suivants : le rendement obtenu au cours du séchage du grain est de 4 à 5 tonnes/heure, l'eau évaporée au cours du séchage étant de 4 à 6 p. 100.

Actuellement, on achève les travaux portant sur la corrélation qui existe entre la température de séchage et la qualité du grain. On peut déjà constater qu'en séchant les céréales avec une température d'entrée des gaz ne dépassant pas 160°C, si la teneur en eau initiale du grain n'est pas trop élevée, ou avec une température ne dépassant pas 140°C si la teneur en eau du grain est plus élevée, et en assurant une teneur en eau finale de 15 p. 100, la qualité du grain n'est pas compromise.

II. — LE REFROIDISSEMENT DU GRAIN, MÉTHODE DE CONSERVATION DE COURTE DURÉE

La constitution d'une chaîne de traitement du grain après la récolte, utilisant des séchoirs à gravité, exige des investissements très importants. Sa réalisation ne peut donc être que progressive, ce qui rend nécessaire pendant la période transitoire l'utilisation d'autres méthodes de conservation du grain, notamment par le froid.

Cette méthode de conservation est utilisée en Tchécoslovaquie d'une part par insufflation d'air non conditionné dans les grains placés sur des planchers en béton, et d'autre part en ventilant des silos avec de l'air refroidi par un générateur de froid.

A. — *Refroidissement du grain par l'air non-conditionné*

Cette méthode de conservation est utile quand le stockage du grain humide se fait directement sur planchers. Pour assurer la réception continue du grain récolté à la moissonneuse-batteuse, la réception non-continue conduisant à une réduction

du rendement de ces machines et à l'impossibilité de les utiliser en groupe, on commence, à l'heure actuelle, à exploiter les hangars en acier. Ces derniers ont été dans le passé construits dans presque toutes les entreprises agricoles, pour des usages très divers, mais le plus souvent pour abriter les machines agricoles. Dans la plupart des cas, on peut les adapter convenablement à la réception et à la conservation temporaire du grain.

L'adaptation consiste à disposer sur le sol des gaines d'aération reliées à un ventilateur puissant. Pour la réception et la vidange, on utilise des transporteurs pneumatiques. Les résultats des essais montrent que, sur les gaines, on peut disposer du grain ayant une teneur en eau de 20 p. 100 sur une hauteur de 2 mètres. La qualité du grain ainsi traité est généralement très bonne, même après un stockage de plusieurs semaines. Si on insuffle dans la masse de grains de l'air dont l'humidité relative est inférieure à 70 p. 100, il se produit un séchage progressif du grain ainsi stocké. Dans le cas contraire, le grain temporairement conservé par le froid sera ultérieurement séché dans les séchoirs à air chaud.

B. — *Refroidissement du grain par de l'air conditionné*

Cette méthode de conservation a été étudiée dans des cellules métalliques d'une capacité de stockage unitaire de 30 tonnes. Le conditionnement de l'air est assuré par un groupe frigorifique C. H. Z. P. M. (Frigera, Kolin) permettant d'abaisser la température de 60 tonnes de grains de + 25°C à + 5 ou + 10°C en 24 heures. Le refroidissement du grain était effectué dans des cellules à section carrée (2,2 × 2,2 mètres) d'une hauteur utile de 9 mètres. On peut ainsi conserver, pendant une courte durée, environ trois semaines, du grain dont la teneur en eau dépasse 20 p. 100 à condition de le soumettre à un nettoyage préalable. La température du grain doit être amenée à une valeur inférieure à + 10°C et ne doit jamais dépasser cette limite. Pour une conservation de courte durée, un seul traitement de refroidissement est suffisant.

Le contrôle de la température est effectué en mesurant périodiquement la température de la couche supérieure du grain. Dans l'installation décrite plus haut, on peut refroidir du grain simultanément dans 2 ou 4 cellules.

Au point de vue économique, c'est le générateur de froid d'une puissance de 200 à 300 tonnes par 24 heures qui paraît le plus convenable, car il permet de réduire considérablement les dimensions de la chaîne destinée au traitement du grain après la récolte, et notamment celles du séchoir à gravité.

C. — *Conservation du grain par l'acide propionique*

Cette méthode de conservation est soumise actuellement en Tchécoslovaquie à une vérification intensive. En 1972, on a entrepris dans la coopérative agricole Slusovice du district de Gottwaldov un essai au cours duquel on a conservé par l'acide propionique 4 000 tonnes de céréales fourragères. La teneur en eau du grain au moment du stockage variait entre 18 et 30 p. 100. Pour la conservation, on a utilisé la préparation ouest-allemande Luprosil qui a été appliquée au grain par l'intermédiaire de 4 applicateurs Diadem, type PK-202, d'une puissance de 25 tonnes/heure. Les résultats de cet essai n'ont pas été jusqu'à présent traités systématiquement, mais il apparaît que le grain conservé par l'acide propionique se prête relative-

ment bien à la production des aliments composés, destinés à l'alimentation des bovins, dont la paille constitue un des éléments principaux. La condition d'extension de la conservation des grains par l'acide propionique en Tchécoslovaquie serait un prix acceptable, permettant de concurrencer celui du séchage à air chaud.

III. — CONCLUSION

Au cours du renouvellement du parc des séchoirs, on pense pouvoir remplacer ceux actuellement en service, d'une capacité de 3 à 8 tonnes/heure, par des appareils d'une capacité de 20 à 40 tonnes/heure, permettant d'obtenir un grain sain et non contaminé par les produits de la combustion.

Bien qu'on prévoie que le séchage à air chaud du grain devienne la méthode de conservation la plus générale, on n'élimine pas la conservation du grain par le froid, d'une part sur les planchers, par air non conditionné insufflé par des ventilateurs, et d'autre part dans les cellules métalliques des entrepôts, par air conditionné, refroidi à l'aide de générateurs de froid. Les générateurs actuels, d'une puissance de 60 tonnes par 24 heures, sont insuffisants quant au rendement. Ce sont par conséquent les générateurs d'une puissance de 200 à 300 tonnes/heure qui apparaissent comme les plus convenables.

Les résultats obtenus au cours de la conservation par l'acide propionique laissent prévoir — mais ne confirment pas encore — la possibilité d'application de cette méthode de conservation, notamment à la conservation des céréales fourragères destinées à la production des aliments composés pour le bétail.

SUMMARY

PROBLEMS OF MOIST GRAIN PRESERVATION IN CZECHOSLOVAKIA

In the conditions of Czechoslovakia, 80 p. 100 of cereals are harvested with the moisture content above 15 p. 100 — mostly with the average moisture content of 18 p. 100 — in an ordinary harvesting period. Batches with 24 p. 100 moisture, even more, are not exceptions.

Long-termed development conceptions are concerned above all with preservation by hot-air drying of grains in vertical flow dryers with the drying rate of 20 tons per hour and 40 tons per hour with 6 p. 100 moisture extraction.

Short-termed conceptions do not exclude the application of other preservation methods which are less exacting on investments. In Czechoslovakia, following preservation methods found application or are tested in this time.

1. Methods based on reduced moisture through : *a*) rapid reduction of moisture in vertical flow dryers — *i. e.* the most perspective variant ; *b*) medium reduction of moisture with help of air conditioned by heat generator and aeration system ; *c*) slow reduction of moisture with help of nonconditioned air, which is blown into the aeration system by a fan operated by thermo-hydraulic controler.

2. Methods based on the reduction of temperature : *a*) rapid temperature reduction system has not been developed ; *b*) medium temperature reduction with help of cooling unit and aeration system ; *c*) slow temperature reduction with help of fan and aeration system.

3. Methods of chemical preservation, above all with propionic acid rationed with help of applicator.

4. Methods of preservation in inactive environment.

Main results reached in Cszechoslovakia will be introduced at particular for above mentioned methods.

ZUSAMMENFASSUNG

PROBLEME DER LAGERUNG VON FEUCHTEM GETREIDE IN DER TSCHECHOSLOVAKEI

In der Tschechoslovakei werden 80 p. 100 des Getreides mit einem Wassergehalt von über 15 p. 100 und meistens, zu normalen Erntezeiten sogar mit einem durchschnittlichen Feuchtigkeitsgehalt von 18 p. 100 geerntet. Partien mit 24 p. 100 und mehr sind keine Ausnahme.

Langfristige Tendenzen der Entwicklung streben vor allem die Lagerung mit Heisslufttrocknung an, und zwar in Anlagen mit vertikaler Strömung, die eine Leistung von 20 t/h und 40 t/h mit 6 p. 100 Wasserentzug haben.

Bei kurzfristiger Planung ist der Einsatz anderer Lagerungsverfahren, mit geringerer Kapitalanlage, nicht ausgeschlossen. Folgende Lagerungsverfahren sind in der Tschechoslovakei im Einsatz oder werden getestet.

1. Verfahren mit Wasserentzug durch : *a*) Schnelle Trocknung mit Vertikal strömung — das meist eingesetzte Verfahren ; *b*) Mittelschnelle Trocknung mit konditionierter Luft durch einen Hitzegenerator und Belüftung ; *c*) Langsame Trocknung durch nicht konditionierte Luft, die durch einen thermohydraulisch gesteuerten Ventilator in das Belüftungssystem geführt wird.

2. Verfahren mit Temperatur reduzierung : *a*) Ein Verfahren zur schneller Temperatur reduzierung wurde nicht entwickelt ; *b*) Mittlere Temperatur reduzierung durch Kühlung und Belüftung ; *c*) Langsame Temperatur reduzierung durch Ventilation und Belüftung.

3. Verfahren der chemischen Konservierung durch Zugabe von Propionsäure.

4. Verfahren der Lagerung unter inerter Atmosphäre.

Die in der Tschechoslovakei erhaltenen Ergebnisse werden unter besonderer Berücksichtigung der angeführten Methoden diskutiert.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (4), 751-755.

UNDERWATER STORAGE OF CEREAL GRAINS BY CEM SKIN-PACKAGING TECHNIQUE

HISATERU MITSUDA, FUMIO KAWAI, MUTSUO KUGA and AIJIRO YAMAMOTO

Laboratory of nutritional Chemistry,
Department of Food Science and Technology,
Faculty of Agriculture, Kyoto University
Sakyoku, Kyoto (Japan)

SUMMARY

Experiments of underwater and underground storage of cereal grains were tried out on laboratory and practical scales from 1967 to 1972. The grain was stored at low temperature in flexible laminated plastic film bags filled with CO_2-enriched air and sealed hermetically. This method of grain storage was found to give better protection than conventional methods from the ravages of rodents and weevils and from microbial infection. Also, the grain retained its chemical and biological properties much better under these conditions. Adding CO_2 lowered the liberation of free fatty acids during the storage and the further oxidation of these, thereby greatly reducing the occurrence of stale-flavor in the cooked rice. Germinative capacity of paddy rice retained its original value after three years storage. So we employed this method on practical scale for storage of seed rice for long-term reserves in place of annual reproduction.

During the preliminary experiments, we found a CO_2 gas adsorption phenomenon in cereals and legumes. Possible explanations will be presented for this phenomenon. The adsorption phenomenon led to the development of a technique for cereal skin-packaging, the carbon dioxide exchange method (CEM). CEM skin-packaging technique was employed in the underwater storage experiments and has also been adopted for conventional packaging of many kind of cereal grains and the like. A new packaging machine (CEM-packer) was constructed for the practical use of this technique.

The safe storage of grain is one of the important problems all over the world. Many reports have been presented about storage methods such as bulk storage in silo, low-temperature storage in controlled warehouses and hermetic storage in bins and so on. In Japan, hold-over stocks have increased since 1965, because of a series of abundant crops of rice and a decrease of consumption of rice grain for diet. The increasing surplus has produced many socio-economic problems because loss of quality in stored rice increases under conventional storage conditions at on high storage temperature and humidity of our country. Some of the rice stored a long time has

had to be sold for feed at a low price. Governmental control has been exercised to reduce the planted area of rice and to develop new uses of rice grain. Although these dispositions were effective, safe storage of the surplus has been keenly requested as a more fundamental solution to food supply. As for safe storage of brown rice in temperature and humidity controlled warehouses seem to be effective, and they are currently used to preserve the quality of freshly harvested rice. But they constitute less than 11.5 p. 100 of the government designated warehouses. In addition to this limited space, the maintenance cost is 10 to 15 p. 100 higher than that of ordinary warehouses in which the atmosphere is not controlled. Of course, the high land and construction costs are deterrents to the building of new temperature controlled warehouses. These circumstances led us to start the underwater and underground storage experiments in natural cold places.

It is necessary to develop new packaging materials suitable for grain storage under the water. The packaging materials must be resistant to chemical and physical attack by water, resistant to physical shock, airproof and moistureproof. Straw, jute and paper bags conventionally used do not satisfy these requirements. On the other hand, plastic films, recently developed for food packaging, appeared to serve well for the purpose. These films, when used individually, did not meet all the requirements mentioned above, but laminated films were found to be satisfactory. The laminated film in the present experiments was composed of oriented nylon film which shows a superior physical strength, aluminum foil or polyvinylidene chloride film which is essentially impermeable to gas and water-vapor, and polyethylene film which gives heat-sealability.

Experiments of underwater and underground storage of cereal grains were tried out on practical scales from 1969 to 1972. Paddy, brown and polished rice grains and other cereals, respectively, packaged with a plastic laminated film under air and CO_2 gas atmosphere, were stored over three years in the water of Lake Biwa, Japan's largest lake. The chemical and biological changes during the storage were analyzed and compared with those of rice grains stored by the conventional method at an atmospheric temperature.

The water-proofness of the laminated film under the grain storage conditions, *i. e.* in the water for a relatively long period, was proved to be highly satisfactory ; increment in the moisture content of the grains after three years storage period was lesser than 0.7 p. 100 in every case. Chemical composition of the grains stored in the water were almost similar to those of the grains in the stored-house of controlled low temperature. The underwater storage prolonged the storage life of the grains. Original freshness of the grains even after the prolonged underwater storage was evidenced by the facts that considerably higher biological activities such as germinative capacity and catalase and peroxidase activities were detected for the grains stored in the water than those kept in the atmospheric conditions. Especially the germinative capacity of the paddy rice retained its original value even after three years storage. So we employed similar method on practical scale for storage of seed rice for long-term reserves in place of rice production. Palatability of the grains stored in the water was found satisfactory. Strength of stale-flavor, as determined by the amount of volatile carbonyl compounds, rheological characteristics, as measured by texturometric indices and cooking qualities, as revealed on boiling, showed that the deterioration proceeded at a considerably lower rate for the grains stored in the water than

those of the atmospheric storage. Cooked rice prepared from the grains stored in the water were almost the same as that from rice stored at a controlled low temperature. As to the atmosphere within the bags of the laminated film, the carbon dioxide enriched one was found more effective than air alone in preventing the changes in chemical compositions, in lowering the diminution of peroxidase activity and in retarding the development of stale flavor.

A total system of a 10 thousand ton-scale has been drafted for the underwater storage. The costs for this system amount about $ 34.00 or less per ton of rice. The cost appears fairly low compared with those needed for the temperature and humidity controlled storage system.

The underwater storage of brown rice was also tested at an abandoned mine in Shikoku Island with the same packaging system. Data obtained are similar to those obtained from the underwater storage experiment.

During the preliminary experiments of underwater storage of rice grains, we found a CO_2 gas adsorption phenomenon by cereals and legumes. The adsorption equilibrium is obtained after about 25 hours. The CO_2 gas adsorption by the grains is almost completely reversed when the grain is allowed to stand in air. The velocity of desorption is larger than that of the adsorption. The necessity for long period for adsorption equilibrium and variation of its rate with the species of grains suggest that diffusion process of CO_2 gas into the grains is present in this adsorption phenomenon. The amount of CO_2 gas adsorbed by grains varies depending on temperature. The amount adsorbed increases at a lower temperature. Wheat, corn, peanuts, soybean, red beans, coffee beans, sesam and their flours showed the same adsorption phenomenon as rice, while the velocity of adsorption and the maximum amount of CO_2 gas adsorbed varied with the respective species of the grains. Four possible explanation are considered for the CO_2 adsorption phenomenon : 1) dissolution of CO_2 gas into water of grain, 2) dissolution of CO_2 gas into fats and oils of grain, 3) diffusion of CO_2 gas to porous tissues of grain and construction of solid solution, 4) biological fixation of CO_2 gas. The maximum adsorption of CO_2 gas was measured at moisture content ranging from 8.7 to 16.3 p. 100 of rice to investigate the first explanation. Amount of CO_2 gas adsorbed increases almost linearly in brown rice but decreases almost linearly in paddy rice as the moisture content of the grains increases. Adsorbed quantities are higher than the level of solubility in water contained in grains calculated by Bunsen's absorption coefficient. This implies that the CO_2 adsorption phenommenon in grains is not merely caused by dissolution of gas into water. In addition to this, adsorption of CO_2 gas by paddy rice does not obey the tendency of solubility. This also indicates the presence of other adsorption mechanisms. Bunsen's absorption coefficients of CO_2 gas in soybean oil is reported to be 1.018 at 30°C, 1 atm. Considering the low content of lipids in rice (below 4 p. 100), solubilities of CO_2 gas in oils and lipids is also seems to have minor effect in this adsorption phenomenon. Biological fixation of CO_2 gas is found to be negligible by a $^{14}CO_2$ experiment. Presence of adsorption in non-biological materials such as roasted peanuts or flours gives another proof to this finding. Thus, it is our belief that under the conditions of experiments, diffusion of CO_2 gas into porous parts of grains and hull is most dominant. A similar phenomenon is observed in sorption of gases by charcoal and silica gel which sorbed gases into their many pores present inside the body. Carbon dioxide sorbed by the porous tissue of grain is considered to remain in solid solution. Difference of the abi-

lity of CO_2 adsorption by the species of grains must be related to the porosity characteristics of the product.

As for the specificity of CO_2 gas in this adsorption phenomenon, it has been known that CO_2 has a higher critical temperature than N_2, O_2 and other inorganic gases have. This means that the ability of CO_2 gas of being liquefied is greater than other gases in capillary spaces.

The carbon dioxide gas adsorption by peanuts seed was studied using $^{14}CO_2$ gas. The distribution of the radioactivity within the seed was observed using an autoradiographic procedure. The results indicated that the radioactivity appears to be uniformly distributed throughout the tissues of germ and cotyledon. Radioactivity in the peanuts seeds was also determined by liquid scintillation spectroscopy after the stepwise extraction by 80 p. 100 ethanol (*v*/*v*), 0.7 N HCl and 1.25 p. 100 NaOH. The data obtained imply that almost all activity adsorbed in the peanuts seed is found in the non-biological carbon (ionized state) ; only a little is bound more or less strongly to sugar, organic acids, amino acids, crude starch and other constituents of the seed. Additional information has been obtained by the comparison of the ability for CO_2 adsorption by brown rice and its four separated parts by polishing, red bran, white bran, embryo and endosperm. All of them have the ability of CO_2 gas adsorption.

The adsorption phenomenon led to the development of a new technique for skin-packaging, the carbon dioxide exchange method (CEM). Conventionally, skin-packages have been obtained by two methods, namely shrink packaging and vacuum packaging, and widely used for packaging of toy, paper, pottery, foods and so on. The purpose of these skin-packaging is to make the packed substances compact and to get a safe transportation and to eliminate the oxygen gas in the packages which makes the packed substances deteriorate during the storage. The CEM is a new method for packing free-flowing materials such as grains, flours or the like into a tightly sealed form. In this method, grains are first packaged together with an appropriate volume of CO_2 gas in a bag made of plastic film of low gas permeability and then sealed. At this stage, CO_2 gas surrounds grains and expands the bag. The package however gradually decreases in its volume due to the CO_2 gas adsorption by the grains and finally it adhere to the grains contained in the bag. The degree of vacuum determined with Hg manometer ranges between 5 and 13 inches.

The skin-packages thus obtained were kept in a refrigerator at the temperature of 0-4°C, a room at the temperature of 10-20°C and an incubator at the temperature of 35°C for one year and the state of adhesion was checked. No change was found. Further, it has been confirmed that the degree of deterioration of the quality of the grains packed according to the technique of CEM is less than that of the grains packed in air and in vacuum ranging from 10 to 20 inches. In addition to this, these packages contain inert gas which protects grains against aerobic microbial infection and/ or damages caused by weevils. Practical use of this technique was tested on antarctic whaling expedition lasting for 4-6 months with very satisfactory result. A new type automatic packaging machine was constructed for the practical use of this technique by the aid of some companies. The authors have proposed that rice and other seed crops should be preserved by our CEM method on a nation-wide scale in order to minimise deterioration.

RÉSUMÉ

CONSERVATION SOUS L'EAU DES GRAINS DE CÉRÉALES PAR LA TECHNIQUE DE L'EMBALLAGE SOUS FILM PLASTIQUE CEM

Des expériences de stockage de grains de céréales sous l'eau et sous terre ont été faites au laboratoire et en milieu naturel, de 1967 à 1972. Le grain a été stocké à basse température, dans des sacs de plastique souple, remplis d'air enrichi en CO_2 et scellés hermétiquement.

Cette méthode se révèle plus efficace que les méthodes conventionnelles en ce qui concerne la protection contre les rongeurs, les charançons et les infections microbiennes. De plus, dans ces conditions, le grain conserve beaucoup mieux ses qualités chimiques et biologiques. L'addition de CO_2 limite la libération d'acides gras libres durant le stockage et prévient leur oxydation, réduisant ainsi fortement le goût rance dans le riz cuit. Le riz paddy conserve sa capacité germinative initiale, après un stockage de trois ans.

On a donc employé cette méthode dans la pratique, pour conserver des semences de riz, constituant des réserves à long terme sur les lieux mêmes de la reproduction annuelle.

Au cours d'expériences préliminaires, on a constaté un phénomène d'adsorption de CO_2 par les céréales et les légumineuses. Des explications possibles de ce phénomène sont proposées. Ce phénomène d'adsorption a conduit à la mise au point d'une technique pour l'emballage sous plastique des céréales : la méthode CEM (carbon dioxide exchange method). Cette méthode a été adoptée pour l'emballage de toutes sortes de céréales et produits similaires. Une machine d'emballage spéciale a été construite pour l'utilisation de cette technique dans la pratique.

ZUSAMMENFASSUNG

INTERWASSERLAGERUNG VON GETREIDE DURCH DIE TECHNIK DER CEM- FOLIENPACKUNG

Unterwasser- und Untergrundlagerung von Getreide wurde im Labor und in Versuchen grösseren Ausmasses von 1967 bis 1972 durchgeführt. Das Getreide wurde bei niederen Temperaturen in luftdicht verschlossenen und mit CO_2 angereicherter Luft gefüllten flexibelnen Foliensäcken gelagert. Diese Lagerungsmethode bietet einen besseren Schutz gegen Nagetiere, Kornkäfer und Mikrobeinfektion. Auf diese Weise bewahrt das Getreide besser seine chemischen und biologischen Eigenschaften. Die Zugabe von CO_2 begrenzt die Freisetzung freier Fettsäuren während der Lagerung, verhindert ihre Oxydierung und verringert den ranzigen Geschmack bei gekochtem Reis. Ungeschälter Reis behält seine ganze Keimfähigkeit nach 3 jähriger Lagerung. Diese Methode wurde von uns an Stelle jährlicher Reproduktion zur langfristigen Reisamenlagerung angewandt.

Im Laufe der vorläufiger Versuche wurde ein CO_2 Absorptionsphänomen bei Getreide und Hülsenfrüchten beobachtet. Es werden mögliche Erklärungen für dieses Phänomen gegeben. Auf Grund des Absorptionsphänomens wurde eine Technik der Folienpackung für Getreide entwickelt : die Methode CEM (Carbon dioxide Exchange Method). Diese Methode wurde zu Unterwasser-Lagerungsversuchen und zur Verpackung aller Getreidearten und ähnlicher Produkte angewandt. Es wurde eine Verpackmaschine — der CEM-Packer — zur praktischen Ausnützung dieser Technik hergestellt.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (4), 757-772.

TRAITEMENT DU MAÏS HUMIDE PAR IRRADIATION GAMMA. ASPECTS MICROBIOLOGIQUES (1)

Jeanne POISSON et B. CAHAGNIER

Station de Biochimie et Physico-chimie des Céréales, I. N. R. A.,
16, rue Nicolas-Fortin,
75013 Paris (France)

RÉSUMÉ

Au cours de la synthèse de travaux effectués pendant plusieurs années sur la décontamination et la stabilisation microbiologique des grains de maïs humides par irradiation gamma, les auteurs étudient :

— l'action dépressive et sélective de l'irradiation sur la microflore des grains pour des doses variant de 100 à 500 krads ;

— l'évolution de la microflore résiduelle de grains humides irradiés (teneur en eau voisine de 35 p. 100) durant des essais de stockage effectués sous atmosphère ventilée et sous atmosphère confinée.

Deux points importants se dégagent de ces recherches.

La microflore qui se développe sur les lots irradiés est beaucoup moins diversifiée que celle qui envahit les lots témoins.

Le niveau de peuplement microbien d'un lot irradié rattrape en quelques jours le niveau initial du témoin, puis continue de s'accroître tout en restant, en général, légèrement inférieur à celui du témoin placé dans les mêmes conditions ; ce phénomène réduit beaucoup l'intérêt pratique de l'irradiation qui ne peut être utilisée qu'en association avec un autre traitement capable d'entraver l'essor rapide de la microflore résiduelle.

Au début de cette décennie, l'irradiation gamma a été envisagée comme un procédé susceptible d'être utilisé pour assainir et décontaminer les grains par destruction de la majeure partie de leur microflore, ceci dans l'espoir de pouvoir, sans dommages, différer le séchage, en diminuer l'intensité, ou même le supprimer.

(1) Travail effectué en collaboration avec le Service de Radioagronomie (Département de Biologie) du Commissariat à l'Énergie atomique.

Or, les données relatives à la radiosensibilité des micro-organismes dans les milieux faiblement hydratés comme les céréales étaient alors peu nombreuses et, de plus, les résultats acquis sur milieux de culture ou sur fruits (Beraha *et al.*, 1959 ; Sommer et Maxie, 1966) n'étaient pas directement transposables aux grains sans vérification, la nature différente du substrat pouvant modifier le comportement microbien.

C'est pourquoi, en vue d'applications pratiques, l'action de l'irradiation gamma sur la microflore céréalière *in situ* a retenu l'attention d'un certain nombre de chercheurs. Mais, en dépit du fait que la phase d'expansion des bactéries est loin d'être négligeable dans les grains très humides (teneurs en eau égales ou supérieures à 22 p. 100 pour le blé, à 35 p. 100 pour le maïs, par exemple), c'est surtout la réaction de la mycoflore qui a fait l'objet de recherches. En effet, dans la grande majorité des cas, au cours du stockage des céréales en atmosphère libre ou renouvelée, la multiplication des moisissures, et même celle des levures, est plus à redouter que celle des autres micro-organismes, en raison des conditions hydriques et thermiques le plus souvent réalisées.

Webb, Thiers et Richardson (1957) étudient la mycoflore résiduelle des lots de maïs qui, se trouvant à des teneurs en eau de 12,5-16,5-19 et 23 p. 100 ont reçu des doses de rayonnement de 100 à 3 000 krads. Ainsi le *Rhizopus nigricans* résiste à une dose de 1 Mrad sur du maïs à 12,5 p. 100 d'eau, alors qu'il est détruit entre 100 et 250 krads sur du maïs à 23 p. 100 d'eau. *Alternaria* sp., *Aspergillus niger* et *Aspergillus terreus* sont éliminés entre 250 et 350 krads aux quatre teneurs en eau étudiées. L'*Aspergillus flavus* disparaît entre 350 et 500 krads, *Hormodendron* sp., *Penicillium* sp. et *Verticillium* sp. sont détruits entre 750 et 1 000 krads, sauf à la teneur en eau de 12,5 p. 100, à laquelle *Hormodendron* et *Verticillium* résistent à 1 Mrad. Ces constatations ont amené Webb, Thiers et Richardson (1957) à conclure que les espèces les plus radiorésistantes sont les plus exigeantes en eau.

Cropsey *et al.* (1962), dans une étude sur le blé, utilisant les rayons cathodiques pour éliminer une partie de la flore superficielle, constatent qu'à 500 krads la population fongique est réduite d'une manière significative.

Käfer (1963) rapporte que la survie sur grains des conidies d'*Aspergillus nidulans* est inférieure à 1 p. 100 après une irradiation gamma de 50 krads.

Kulik et Justice (1967) recherchent la possibilité d'utiliser les radiations gamma pour détruire ou retarder la croissance des moisissures de stockage sur les semences, sans endommager leur pouvoir germinatif. Pour cela, de nombreuses graines testées, entre autres du blé et du maïs contaminés avec des spores de moisissures de stockage (*Aspergillus amstelodami*, *Aspergillus flavus*) sont soumises à des doses d'irradiation allant de 5 à 80 krads. Il s'avère que les moisissures sont plus résistantes à l'irradiation gamma que les semences ; ceci est confirmé par Fifield et Golumbic (1966) qui trouvent que le pouvoir germinatif du blé dur, après une irradiation de 50 krads, est inférieur à 50 p. 100, et nul après une dose de 125 krads.

Poisson, Cahagnier et Guilbot (1971), dans le cadre d'une recherche effectuée sur la radurisation des céréales par irradiation gamma, étudient les variations de la radiosensibilité des conidies en fonction de divers facteurs susceptibles d'intervenir lors du traitement des grains (nature des moisissures, âge et teneur en eau des conidies, teneur en eau des grains, refroidissement, chauffage, addition de fongicide).

Golumbic et Davis (1966) déterminent qu'une dose de 175 krads suffit à dé-

truire une grande partie de la mycoflore du blé sans en modifier la valeur technologique.

D'après METTA et JOHNSON (1959), au cours d'une irradiation gamma de 3 Mrads, la valeur nutritionnelle des protéines du maïs n'est pas altérée, aucune flaveur et aucune odeur ne sont produites.

SAINT-LEBE, PELEGRIN et GUILBOT (1966) et SAINT-LEBE (1969) étudient l'incidence directe du rayonnement gamma sur le rendement et les caractéristiques technologiques de l'amidon ; une dose de 500 krads est sans influence sur le rendement d'extraction, alors qu'un séchage à température de 74°C diminue ce rendement de 4 p. 100, en raison de la coagulation partielle de la trame protéique et de l'éclatement de granules d'amidon. Un traitement chimique avec de l'acide propionique, par exemple, rend le maïs inutilisable en amidonnerie.

Pour savoir dans quelle mesure le traitement serait pratiquement applicable à la conservation du maïs-grain très humide du point de vue bactériologique, nous avons, au cours de six années consécutives, effectué des essais de stockage de maïs irradié, dès la récolte, au ^{60}Co, à des doses s'échelonnant de 100 à 500 krads. Ces doses sont technologiquement acceptables pour des maïs destinés à l'amidonnerie ou à l'alimentation des animaux, sous réserve de leur innocuité.

Les essais de stockage ont été effectués soit en semi-grandeur dans des petits silos expérimentaux, soit en laboratoire sur des échantillons de 2 à 3 kg. La plupart du temps le grain a été ventilé avec de l'air filtré saturé de vapeur d'eau, ceci dans le but de réaliser les conditions les plus défavorables de stockage, l'air pulsé correspondant à celui qui atteint la dernière couche de grains d'un silo au cours d'une ventilation de maintien. Quelques expériences de stockage ont été effectuées sous atmosphère confinée.

MATÉRIEL UTILISÉ, PROTOCOLE EXPÉRIMENTAL ET MÉTHODE D'ANALYSE

1. — *Matériel biologique*

Les lots de maïs utilisés (variétés *INRA 200, 270, 258, Fundke G 13, G 93* et *Iowa 4417* proviennent, pour la plupart, de la région parisienne, plus rarement du sud-est de la France.

Les grains sont mis en expérience le plus rapidement possible après la récolte, leur teneur en eau variant de 32 à 40 p. 100 suivant les essais, Avant chaque essai, les lots de maïs sont homogénéisés.

2. — *Protocole expérimental*

L'irradiation des grains est effectuée soit dans une gammacel au ^{60}Co, à des débits de dose voisins de 150 krads/h, exceptionnellement 1 500 krads, soit plus rarement dans un irradiateur de 12 000 curies ou avec une source au ^{137}Cs. Les doses d'irradiation appliquées sont de 100, 150, 200, 300, 400 et 500 krads.

Les lots de maïs humide homogénéisés puis irradiés sont versés dans des cellules

cylindriques ou leucoflex contenant 2,5 kg de grain ou dans des petits silos expérimentaux contenant 1,5 t de grain.

Pour les essais effectués en atmosphère ventilée (SAINT-LEBE, 1966) à l'échelle du laboratoire, les cellules sont balayées par de l'air à 10°C, 15°C et 18°C saturé de vapeur d'eau. Le conditionnement d'air est effectué de la façon suivante : à la sortie du compresseur, il est déshuilé, puis desséché sur du silicate d'alumine. L'air passe ensuite sur des filtres en papier où il subit une première décontamination. Puis il est détendu à 0,4 kg/cm², totalement décontaminé par passage à travers un filtre en bronze poreux et réchauffé à 37°C afin de pallier les différences de température de l'air ambiant ; il est ensuite amené à 20-22°C et 89-90 p. 100 d'humidité relative et enfin à la température désirée et 100 p. 100 d'humidité relative par passages successifs sur des barbotteurs. La régulation s'effectue uniquement sur la température. Les débits de renouvellement d'air varient de 80 à 300 m³/h/m³.

3. — *Méthodes d'analyse*

Des analyses microbiologiques, effectuées en début et en cours de stockage, permettent de suivre l'évolution de la microflore des grains. La méthode de dénombrement des populations microbiennes est une adaptation de la méthode classique de dilutions-ensemencements au cas particulier du maïs, son originalité réside dans l'importance de la prise d'essai des grains (150 g) et dans le mode de dispersion des micro-organismes (broyage au Waring-Blendor dans un liquide de dispersion, POISSON et CAHAGNIER, 1972). Les milieux de culture utilisés pour révéler au mieux les différentes composantes floristiques des grains figurent parmi ceux qui sont employés en bactériologie alimentaire (BUTTIAUX, 1968), en microbiologie des sols (POCHON, 1958) et en microbiologie générale (CASSAGNE, 1961).

RÉSULTATS OBTENUS

Les principaux résultats obtenus concernent l'action de l'irradiation gamma sur la microflore des grains de maïs au moment du traitement d'une part, et l'évolution de la microflore résiduelle au cours du stockage des grains traités d'autre part.

Action de l'irradiation gamma sur la microflore des grains de maïs humides

Action dépressive.

Aussitôt après irradiation, la microflore des lots traités est numériquement très inférieure à celle des lots témoins. Dans les conditions expérimentales réalisées, des doses s'échelonnant de 100 à 400 krads permettent, dans la majeure partie des cas, d'abaisser le nombre de bactéries aérobies et anaérobies mésophiles à quelques centaines par gramme de grain (fig. 1), ce qui représente une réduction de l'ordre de 1 000 à 10 000 et même 100 000 fois dans les cas les plus favorables (les taux de survie étant de l'ordre de 0,1 p. 100 à 0,001 p. 100). Dans les mêmes conditions, la réduc-

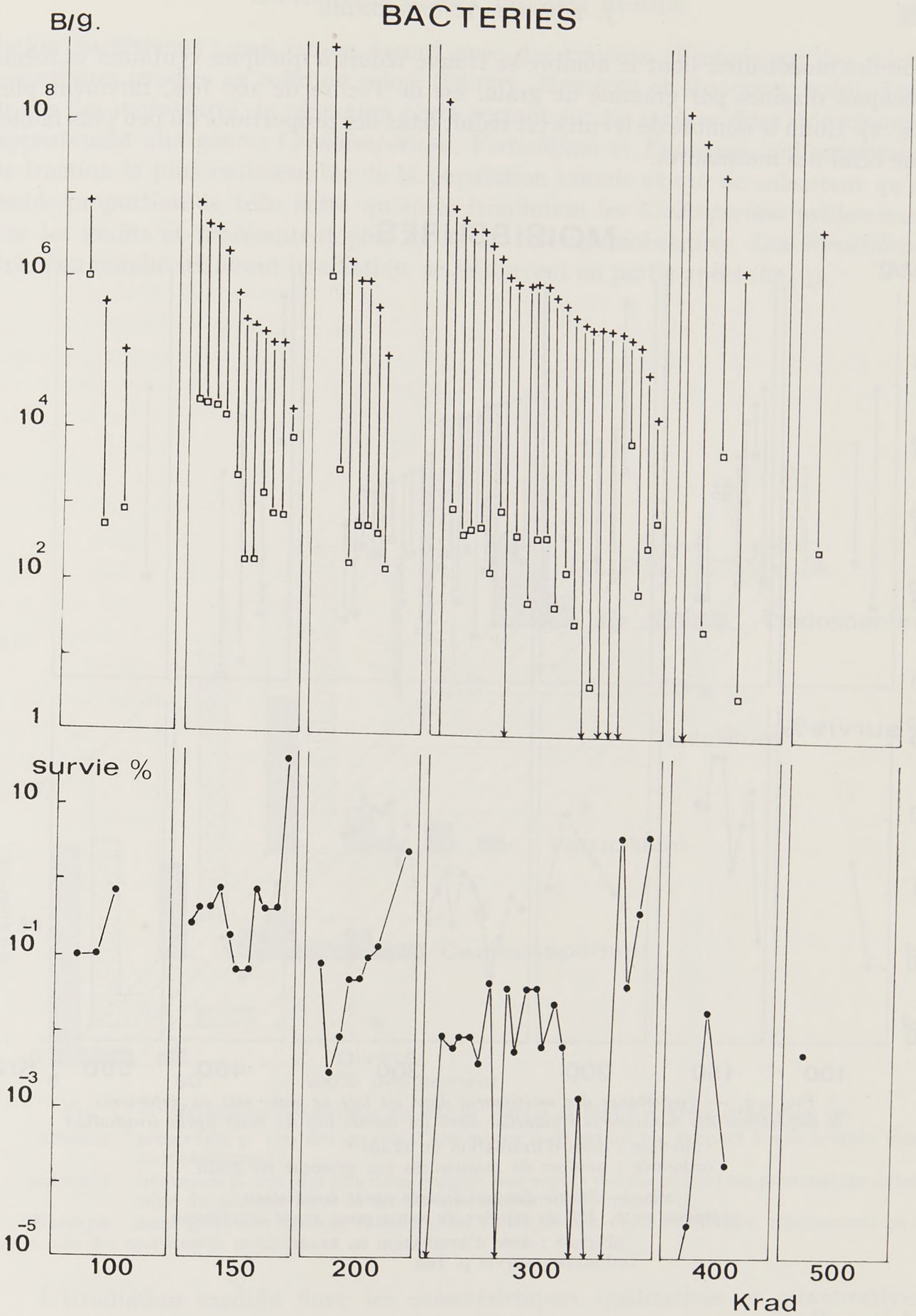


FIG. 1 a. — *Importance de la population bactérienne des lots de maïs mis en expérience et importance de la population bactérienne résiduelle des lots de maïs irradiés*

abscisse : dose d'irradiation en krads
ordonnée : nombre de bactéries par gramme de grain

1 b. — *Survie des bactéries après irradiation, exprimée en p. 100 du nombre de bactéries avant irradiation*

abscisse : dose d'irradiation en krads
ordonnée : survie p. 100

tion des moisissures, dont le nombre se trouve réduit à quelques centaines et même quelques dizaines par gramme de grain, est de l'ordre de 100 fois, rarement plus (fig. 2). Enfin le nombre de levures est réduit dans des proportions un peu plus faibles que celui des moisissures.

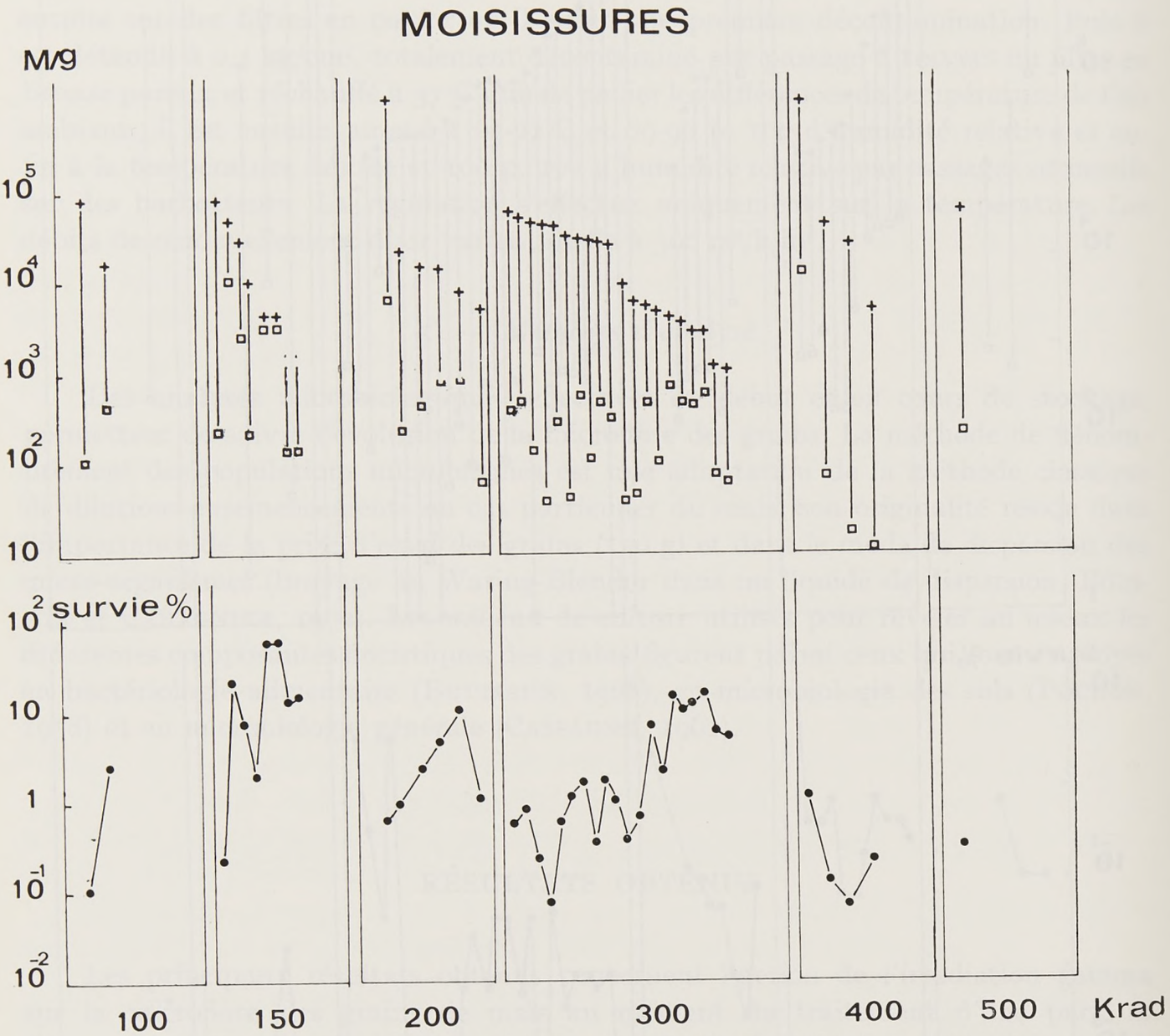


Fig. 2 a. — *Importance des moisissures dans les lots de maïs mis en expérience et importance des moisissures résiduelles dans les mêmes lots de maïs après irradiation*
abscisse : dose d'irradiation en krads
ordonnée : nombre de moisissures par gramme de grain

2 b. — *Survie des moisissures après irradiation, exprimée en p. 100 du nombre de moisissures avant irradiation*
abscisse : dose d'irradiation en krads
ordonnée : survie p. 100

Action sélective.

L'action dépressive de l'irradiation sur l'importance numérique des micro-organismes des grains s'accompagne d'une action sélective. Les bactéries sont plus fragiles que les moisissures, et les levures sont au moins aussi radiorésistantes que les moisissures. Dans le cas des bactéries, la réduction des Lactobacilles et des Entérobactéries du maïs humide est plus forte que celle des autres composantes de la popu-

lation bactérienne ; ceci est en accord avec des travaux effectués sur des micro-organismes irradiés en solution saline (DUPUY, HERMIER et MOCQUOT, 1966). Dans le cas des moisissures, la réduction porte surtout sur les espèces dites « du champ » appartenant aux genres *Cephalosporium*, *Verticillium* et *Fusarium*, qui constituent la fraction la plus radiosensible de la population initiale et qui ne subsistent qu'en faible proportion de telle sorte qu'après irradiation les *Cladosporium* prédominent sur les grains et représentent plus de 80 p. 100 des moisissures. Les *Penicillium*, très peu nombreux avant irradiation, se retrouvent en partie après (fig. 3).

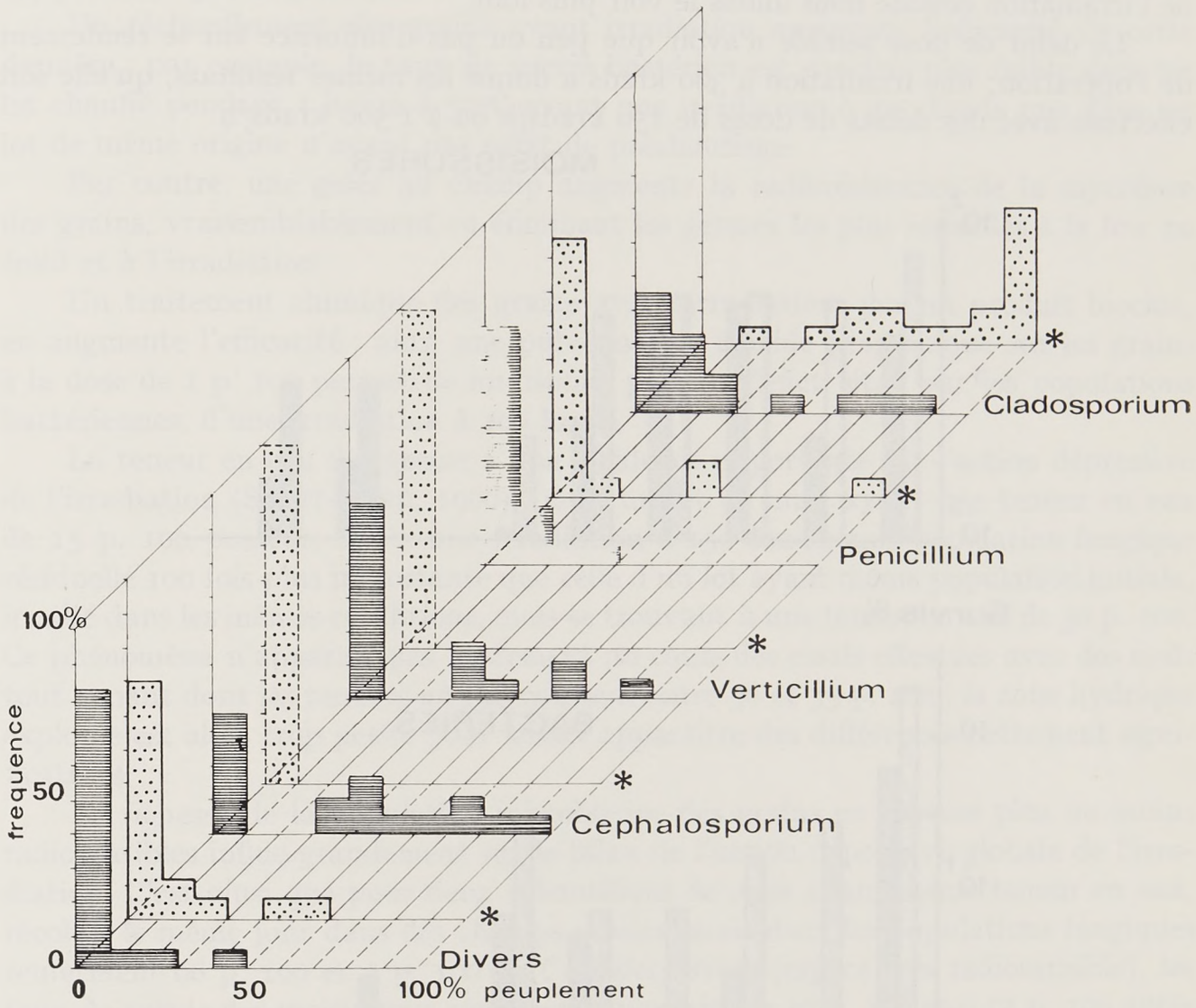


FIG. 3. — *Moisissures dominantes des lots de maïs à la récolte et après irradiation* (*)
abscisse : proportion p. 100 des germes d'une espèce dans un lot par rapport à leur nombre total de moisissures ;
ordonnée : fréquence p. 100 des lots dans lesquels une espèce donnée atteint un pourcentage déterminé du nombre total de moisissures (niveau de peuplement).
(Exemple : dans 41 p. 100 des lots examinés, les *Cladosporium*, après irradiation, représentent 90 à 100 p. 100 des moisissures totales.)

L'irradiation modifie donc les caractéristiques qualitatives et quantitatives des populations microbiennes des grains irradiés.

Influence de divers facteurs sur l'efficacité de l'irradiation.

L'efficacité de l'action dépressive de l'irradiation gamma est liée, entre autres facteurs, aux conditions d'irradiation et aux caractéristiques des grains et de leur microflore.

L'influence de la dose est assez facilement mise en évidence par la comparaison des résultats obtenus avec des échantillons d'un même lot, irradiés à des niveaux différents. La figure 4 illustre ce fait dans plusieurs cas choisis au hasard ; par exemple dans celui d'un lot ayant une teneur en eau de 32 p. 100, le taux de survie des moisissures est de 8,2 p. 100 après une irradiation de 150 krads et de 0,4 p. 100 après une irradiation de 300 krads. Mais, d'un lot à l'autre, d'une année à l'autre, il ne faut pas escompter que les doses égales appliquées à des grains ayant même teneur en eau donnent des taux de destruction équivalents en raison de l'action sélective de l'irradiation comme nous allons le voir plus loin.

Le débit de dose semble n'avoir que peu ou pas d'influence sur le rendement de l'opération; une irradiation à 300 krads a donné les mêmes résultats, qu'elle soit effectuée avec des débits de doses de 150 krads/h ou à 1 500 krads/h.

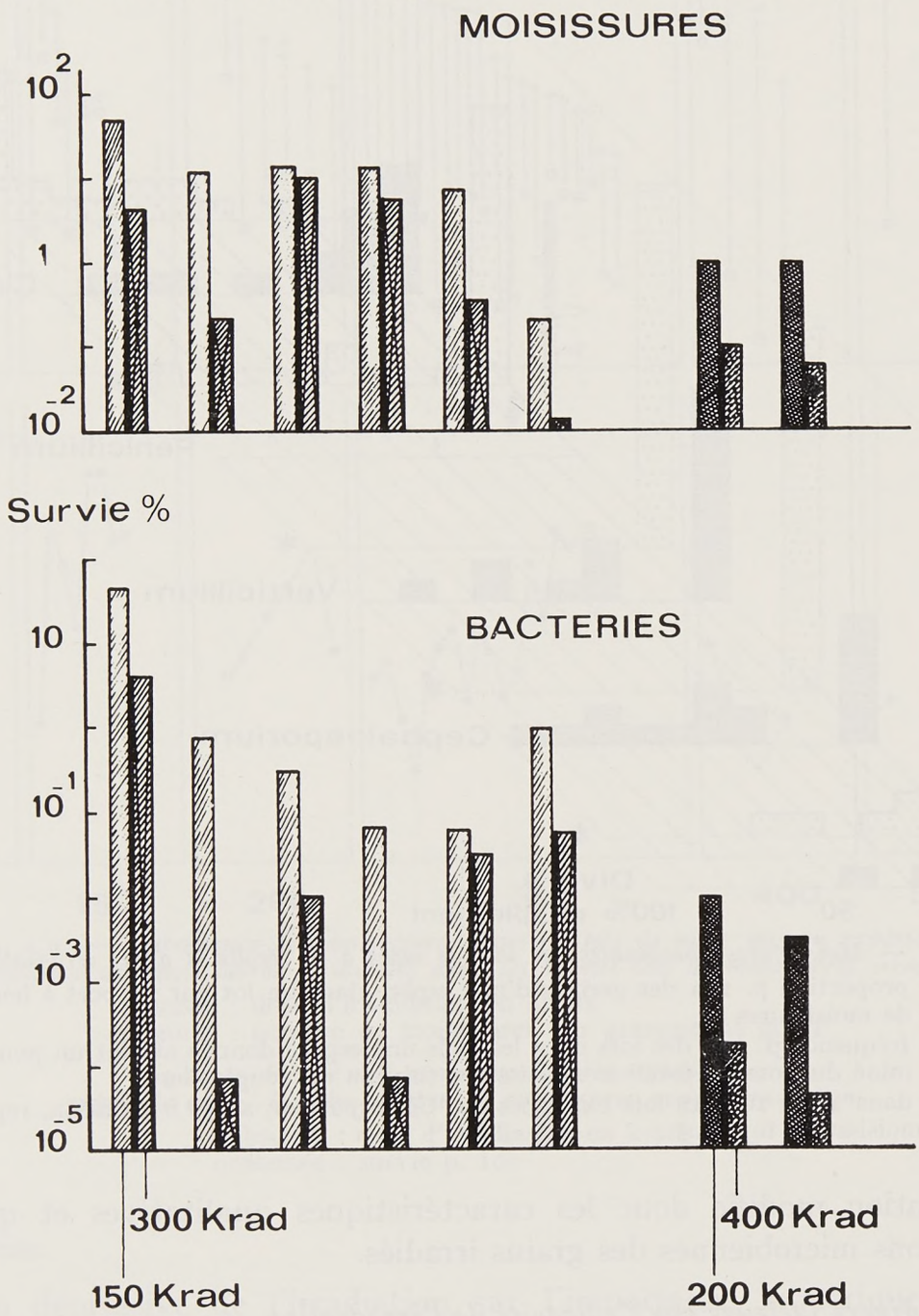


Fig. 4. — *Influence de la dose d'irradiation sur le pourcentage de survie*
(rapport p. 100 du nombre de micro-organismes survivants après irradiation au nombre de micro-organismes avant irradiation)
a) bactéries — abscisse : dose d'irradiation
b) moisissures — ordonnée : survie p. 100

Le fractionnement de dose n'améliore pratiquement pas le rendement, tout au moins dans le cas d'une dose totale de 300 krads donnée en deux fois équivalentes, espacées de 5 à 11 jours ; il est à noter que l'effet dépressif de la première irradiation est plus important que celui de la seconde, les germes sélectionnés au niveau de la première irradiation étant sans doute les plus résistants.

La température du grain pendant l'irradiation influe sur le taux de survie ; ainsi, pour un même lot de grains, une irradiation effectuée à 27°C permet d'obtenir des taux de survie 100 fois plus faibles qu'une irradiation à 15°C (0,004 p. 100 et 0,4 p. 100 respectivement).

Un réchauffement des grains avant irradiation augmente l'efficacité de cette dernière ; par exemple, le taux de survie bactérien est 240 fois plus faible dans un lot chauffé pendant 1 heure à 50°C avant une irradiation à 300 krads que dans un lot de même origine n'ayant pas subit de préchauffage.

Par contre, une gelée au champ augmente la radiorésistance de la mycoflore des grains, vraisemblablement en éliminant les germes les plus sensibles à la fois au froid et à l'irradiation.

Un traitement chimique des grains avant irradiation, par un produit biocide, en augmente l'efficacité ; ainsi une pulvérisation d'acide propionique sur les grains à la dose de 1 p. 100 permet de multiplier par 100 l'effet létal, sur les populations bactériennes, d'une irradiation à 200 krads.

La teneur en eau des grains a une incidence importante sur l'action dépressive de l'irradiation (Saint-Lebe, 1966) ; ainsi un lot de maïs ayant une teneur en eau de 15 p. 100 possède, après une irradiation à 150 krads, une population fongique résiduelle 100 fois plus importante que celle d'un lot ayant même population initiale, irradié dans les mêmes conditions, mais se trouvant à une teneur en eau de 30 p. 100. Ce phénomène n'apparaît pas nettement au cours des essais effectués avec des maïs tout venant dont les teneurs en eau oscillent entre 30 et 35 p. 100 ; la zone hydrique explorée est alors trop petite pour laisser apparaître des différences nettement significatives.

La richesse de la population microbienne des grains en espèces plus ou moins radiosensibles influe grandement sur le bilan de l'action dépressive globale de l'irradiation. C'est ainsi que pour deux échantillons de maïs ayant même teneur en eau, récoltés le même jour dans des champs voisins, mais dont les populations fongiques renferment 68 p. 100 et 2 p. 100 de *Cephalosporium* (espèce très radiosensible), les taux de survie des moisissures sont respectivement de 17 p. 100 et 0,12 p. 100 après une irradiation à 300 krads, les *Cephalosporium* étant éliminés dans les deux cas. C'est donc le niveau de pollution des grains après irradiation qu'il faut considérer pour juger du bilan pratique de l'irradiation, et non pas le pourcentage de survie ou le taux de réduction qui sont très fluctuants.

Évolution de la microflore résiduelle au cours du stockage des grains irradiés

1. — *Stockage en atmosphère ventilée, saturée de vapeur d'eau.*

a) *Évolution des bactéries.*

Au début du stockage, dans les conditions de nos essais, la teneur en eau des grains étant maintenue constante, le nombre de bactéries augmente légèrement ou se stabilise ou même diminue légèrement (suivant que la teneur en eau et la tempé-

rature sont plus ou moins élevées), tandis que dans les lots irradiés il augmente très rapidement, la multiplication étant beaucoup plus active que dans le témoin.

Après 5 à 15 jours de stockage, la vitesse de croissance se ralentit de sorte que la population bactérienne des lots irradiés reste en général inférieure à celle des témoins. La figure 5 illustre ce phénomène dans le cas d'un lot de maïs stocké à 13°C et dont la teneur en eau est de 35 p. 100. Au cours des premiers jours de stockage, le nombre de bactéries augmente dans les lots irradiés comme dans le lot témoin. Les coefficients de multiplication après 5 jours de stockage sont respectivement de 4 000 et de 20 000 dans les lots irradiés à 150 krads et 300 krads, et de 153 dans le témoin ; au-delà, les populations bactériennes des lots témoins et des lots irradiés tendent à se rapprocher de plus en plus.

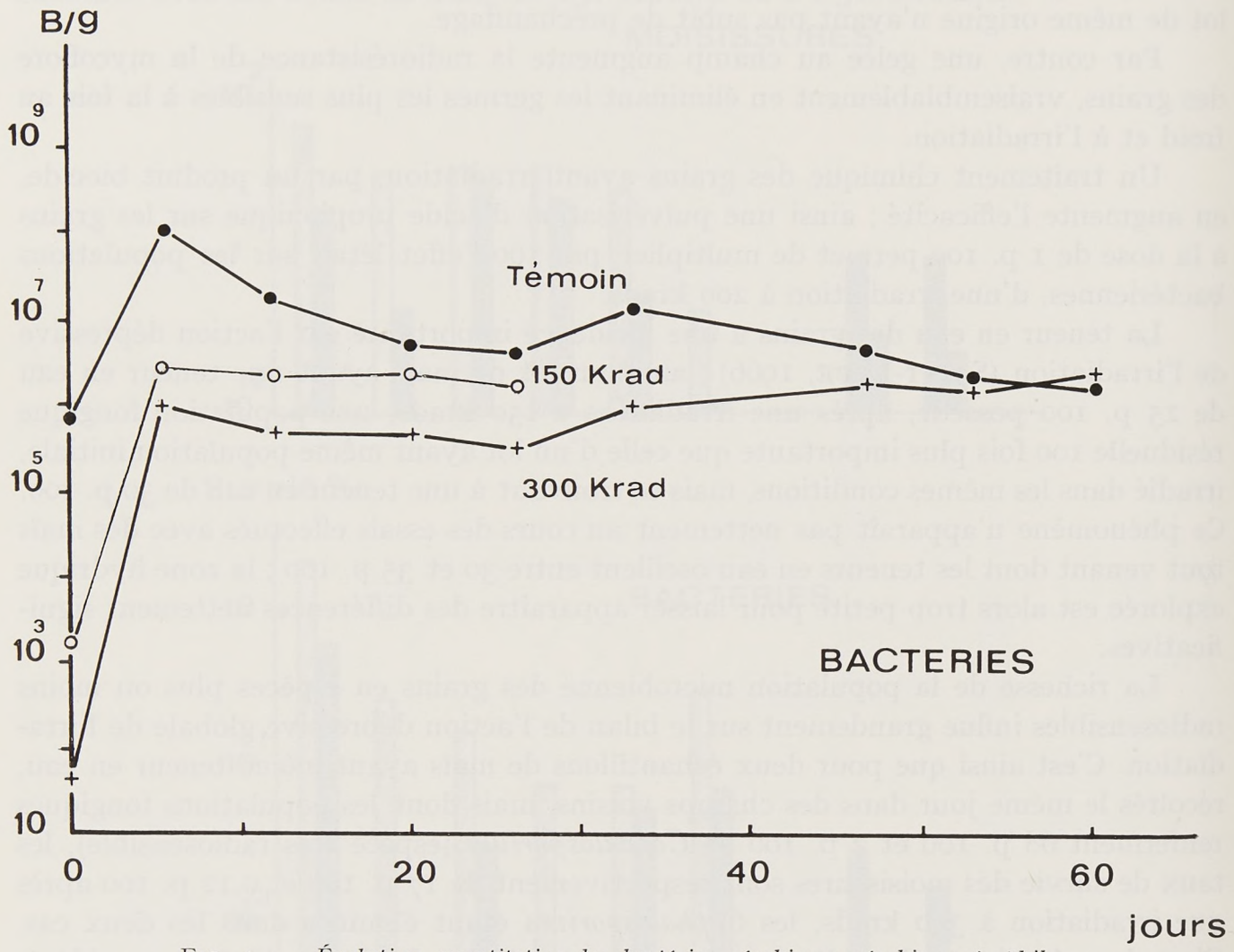


FIG. 5. — *Évolution quantitative des bactéries aérobies-anaérobies mésophiles dans des lots de maïs* (teneur en eau 35 p. 100 sh) *au cours d'un stockage à 13°C en atmosphère renouvelée*

• témoins
○ irradiés à 150 krads
\+ irradiés à 300 krads

abscisse : durée de stockage en jours
ordonnée : nombre de germes par gramme de grain

Toutes les courbes obtenues au cours des différents essais ont même allure, qu'ils aient été effectués en laboratoire ou en semi-grandeur. La différence entre l'importance numérique des populations bactériennes des grains témoins et irradiés, due à l'action dépressive de l'irradiation, va en s'atténuant au fur et à mesure que

la durée des essais augmente. Encore nettement décelable après un mois de conservation, elle n'apparaît plus que faiblement lors d'un stockage supérieur à deux mois.

En fin d'expérience, les compositions des populations bactériennes des divers lots sont sensiblement identiques du fait de la multiplication rapide des bactéries coliformes résiduelles dans les lots irradiés ; dans le cas d'un maïs dont la population bactérienne renferme 40 p. 100 de bactéries coliformes à l'origine et moins de 0,4 p. 100 après une irradiation de 300 krads, on retrouve, après un mois de stockage, 70 p. 100 de bactéries coliformes dans le témoin et 69 p. 100 de bactéries coliformes dans les irradiés. Le reflet de l'action sélective de l'irradiation vis-à-vis des bactéries coliformes tend donc à disparaître après un mois de conservation.

b) *Évolution des moisissures.*

Au début du stockage, les moisissures se multiplient dans tous les lots, mais plus activement dans les lots irradiés que dans les lots témoins ; la pente des courbes de croissance est d'autant plus forte que la population initiale des lots est plus faible (fig. 6). Ainsi, à 13°C, dans un lot de maïs de teneur en eau égale à 35 p. 100, après

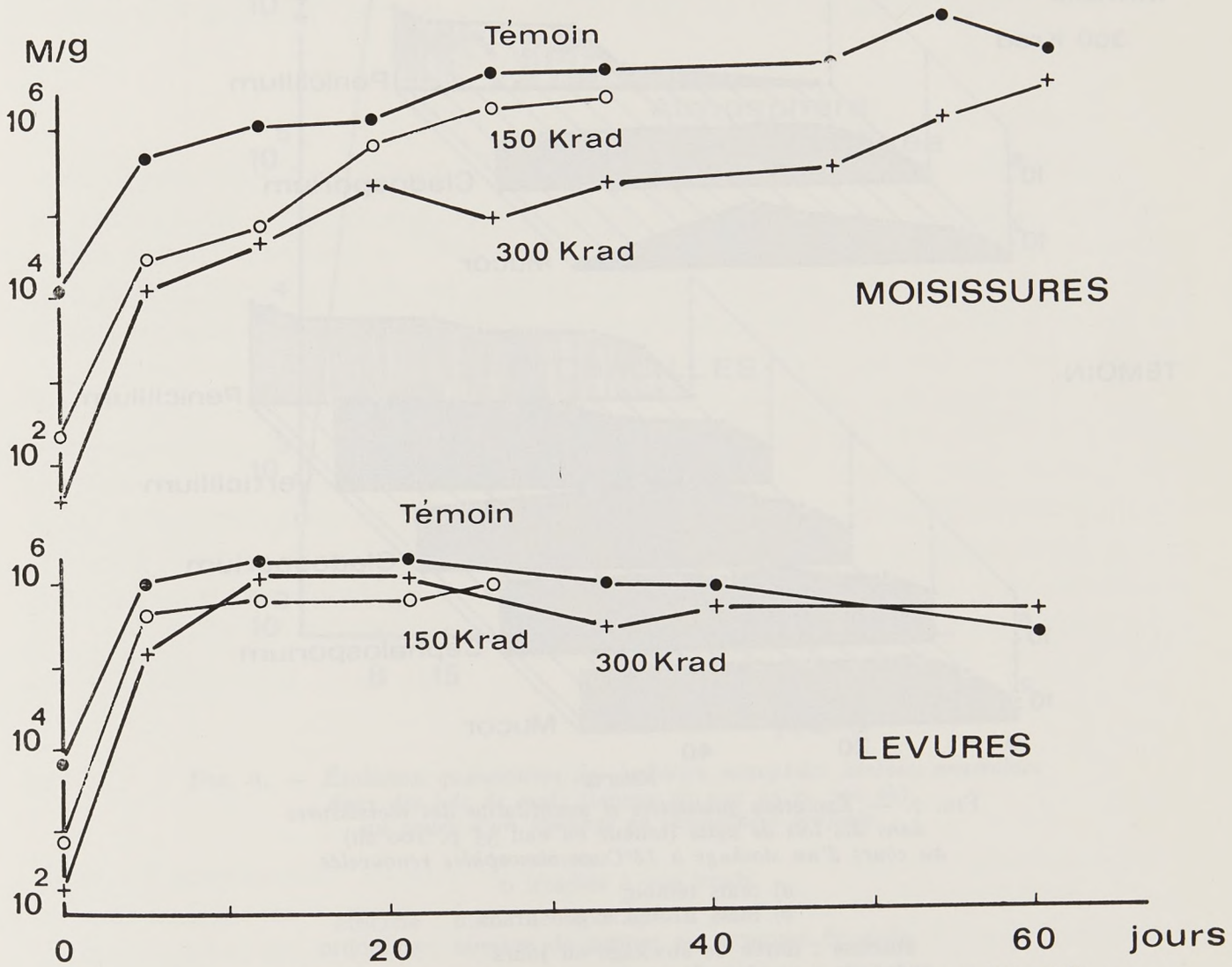


Fig. 6. — *Évolution quantitative des moisissures* (fig. 6 *a*) *et des levures* (fig. 6 *b*) *dans des lots de maïs* (teneur en eau 35 p. 100 sh) *au cours d'un stockage à 13°C en atmosphère renouvelée*

• témoins
○ irradiés à 150 krads
+ irradiés à 300 krads

abscisse : durée de stockage en jours
ordonnée : nombre de germes par gramme de grain

5 jours de stockage, les coefficients de multiplication des moisissures sont respectivement de 34, 130 et 450 dans le lot témoin et irradiés à 150 et 300 krads. Puis la vitesse de multiplication des moisissures diminue dans tous les lots, en sorte que les populations des lots irradiés sont encore légèrement inférieures à celles du témoin après deux mois de stockage. Bien que très atténué, l'effet dépressif de l'irradiation sur la population initiale des lots traités reste décelable pendant toute la durée de l'essai. Ce type d'évolution a été observé au cours de tous les essais effectués.

En ce qui concerne l'aspect qualitatif, dans la majeure partie des cas la différence de composition floristique initiale se retrouve tout au long du stockage : c'est ainsi qu'à la fin des essais la mycoflore des témoins est plus variée que celle des irradiés à cause des teneurs en eau élevées qui permettent le développement des genres dits champêtres comme : *Cephalosporium*, *Verticillium*, *Fusarium*, *Mucor*... Les *Cladosporium* constituent la flore dominante des lots irradiés, alors que les *Penicillium* prédominent seuls ou avec les *Cephalosporium* dans le lot témoin (fig. 7).

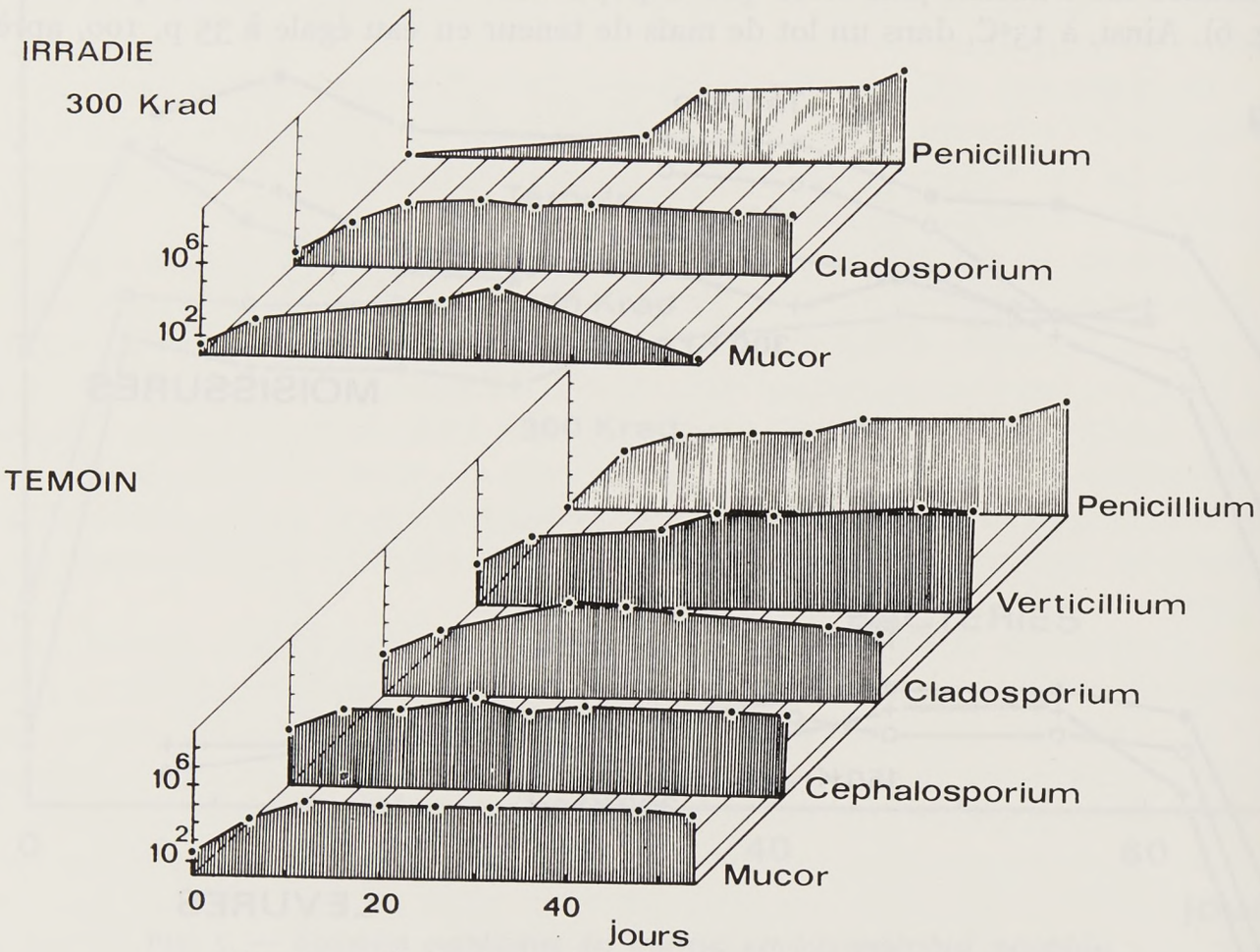


Fig. 7. — *Évolution qualitative et quantitative des moisissures dans des lots de maïs* (teneur en eau 35 p. 100 sh) *au cours d'un stockage à 13°C en atmosphère renouvelée*

a) maïs témoin
b) maïs irradié à 300 krads

abscisse : durée de stockage en jours
ordonnée : nombre de germes par gramme de grain

Certaines exceptions doivent cependant être signalées ; il est arrivé que les *Cephalosporium* soient aussi abondants dans les lots irradiés que dans le témoin. Mais, d'une façon générale, la mycoflore des lots irradiés est moins variée que celle du témoin ; les effets de la radiosélection sont donc durables. Ce fait est la cause,

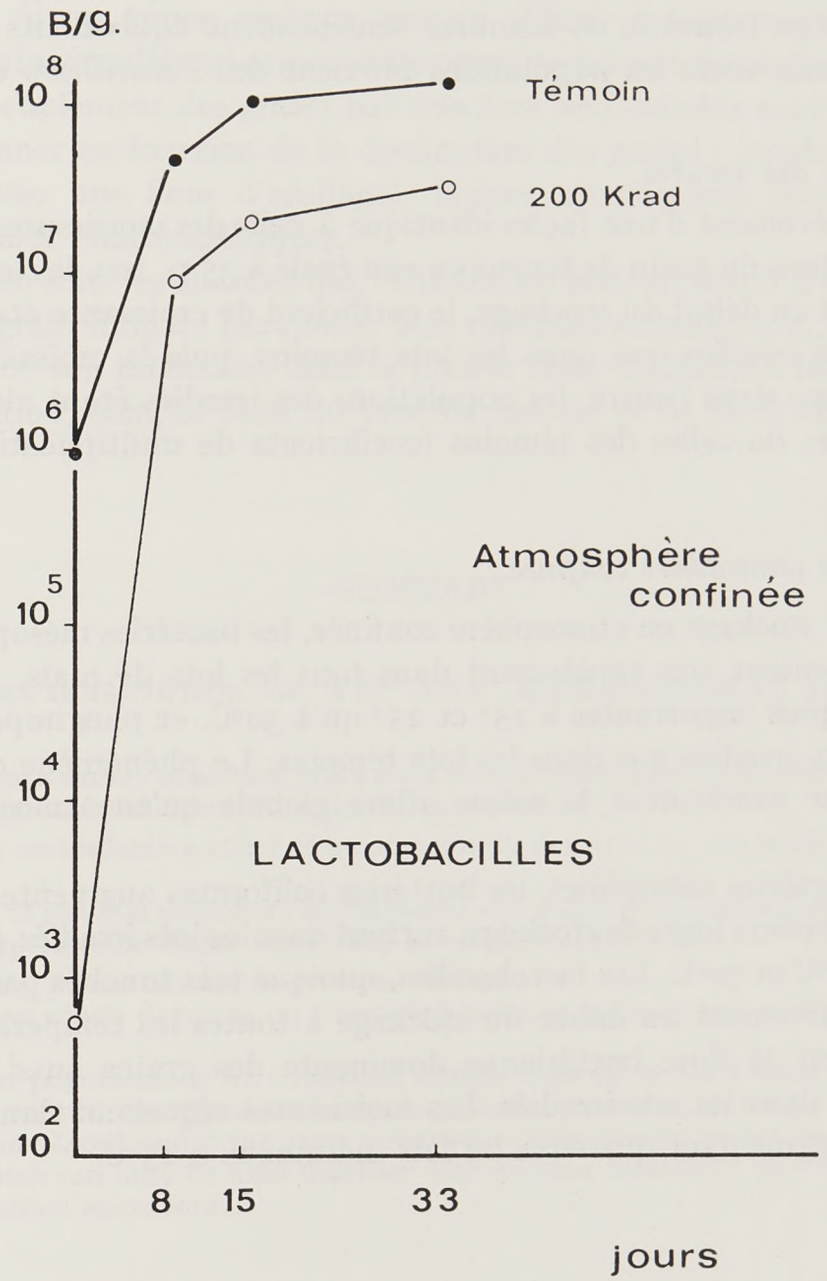


FIG. 8. — *Évolution quantitative des bactéries mésophiles aérobies-anaérobies dans des lots de maïs* (teneur en eau 35 p. 100 sh) *au cours d'un stockage en atmosphère confinée*

• témoins
○ irradiés à 200 krads

abscisse : durée de stockage en jours
ordonnée : nombre de germes par gramme de grain

en partie au moins, de la différence qui existe entre les quantités de germes fongiques dénombrés sur le témoin et sur les irradiés en fin de stockage. Le reflet, à terme, de l'action dépressive de l'irradiation serait surtout dû à son action sélective. Par exemple, dans le cas d'un essai effectué à 10°C, au début du stockage les *Cladosporium* prédominent largement dans le lot irradié à 300 krads alors qu'ils voisinent avec des *Penicillium* et des *Cephalosporium* dans le témoin ; après 25 jours de stockage, les *Cladosporium* se trouvent en nombres sensiblement équivalents dans les deux ots, et la différence entre les populations provient des *Penicillium* et des *Cephalosporium*.

c) *Évolution des levures.*

Les levures évoluent d'une façon identique à celle des moisissures ; par exemple (fig. 6 *b*) à 13°C dans du grain de teneur en eau égale à 35 p. 100, les levures se multiplient activement au début du stockage, le coefficient de croissance étant plus important dans les lots irradiés que dans les lots témoins, puis la croissance se ralentit dans un cas comme dans l'autre, les populations des irradiés étant alors numériquement très voisines de celles des témoins (coefficients de multiplication à 5 jours : 142-333-750).

2. — *Stockage en atmosphère confinée.*

Au début du stockage en atmosphère confinée, les bactéries mésophiles aérobies-anaérobies augmentent très rapidement dans tous les lots de maïs, les vitesses de croissance étant plus importantes à 15° et 25° qu'à 30°C, et plus importantes également dans les lots irradiés que dans les lots témoins. Le phénomène de peuplement des grains a donc exactement la même allure globale qu'en atmosphère ventilée (fig. 8).

Parmi les bactéries mésophiles, les bactéries coliformes augmentent rapidement pendant les 10 premiers jours de stockage, surtout dans les lots irradiés, puis régressent brutalement à 25°C et 30°C. Les lactobacilles, quoique très touchés par l'irradiation, se multiplient activement au début du stockage à toutes les températures et constituent rapidement la flore bactérienne dominante des grains aussi bien dans les lots témoins que dans les lots irradiés. Les moisissures régressent dans tous les lots, et les levures n'augmentent que dans les lots maintenus à 15°C.

CONCLUSION

En conclusion, d'après ce que nous venons de voir, la radurisation du maïs humide, dans les conditions de nos essais, à des doses de quelques centaines de krads, permet d'abaisser le niveau de pollution du grain dans des proportions importantes.

Mais, dans le grain humide, la microflore résiduelle se multiplie activement à une vitesse d'autant plus grande que le taux de réduction est plus poussé, ce qui annule assez rapidement l'action positive d'assainissement de l'irradiation. Néanmoins, les quelques jours que met la flore résiduelle du grain irradié à rattraper le niveau de pollution initial du témoin peuvent être mis à profit pour étaler le travail des séchoirs si besoin est, en période de pointe.

En dehors de cette éventualité, pour que l'opération de radurisation soit technologiquement et sanitairement efficace, il faut qu'elle soit jumelée à un autre traitement qui entrave à la fois la multiplication de la microflore résiduelle et les dégradations d'ordre enzymatique dont un lot de grains est rapidement le siège aux teneurs en eau élevées.

Les traitements susceptibles d'être associés à une radurisation sont multiples : ventilations de divers types, séchage lent ou différé et traitements chimiques. Le stockage des grains irradiés en atmosphère confinée permet de réaliser des conditions favorables au peuplement des grains par une flore semi-aérobie acidophile qu'il suffirait de sélectionner en fonction de la destination des grains : amidonnerie, aliments pour bétail (avec une flore d'ensilage), farines aromatiques (avec des bactéries d'arôme), produits pharmaceutiques...

Quoi qu'il en soit, les chances que l'irradiation pourrait avoir d'être utilisée pour traiter le maïs-grain humide paraissent bien minimes actuellement ; elles dépendent non seulement de son innocuité, dont la preuve reste d'ailleurs à faire, mais aussi du coût de l'opération, compte tenu du procédé associé et de la destination du grain.

SUMMARY

GAMMA-IRRADIATION OF WET CORN. MICROBIOLOGICAL ASPECTS

In the course of a survey of several years work on microbiological decontamination and control of wet corn by gamma-irradiation the authors have studied :

— inhibiting and selective effect of gamma-irradiation (100 to 500 krads) on the microflora of grains ;

— evolution of residual microflora of irradiated wet grains (moisture content about 35 p. 100), during storage experiments under ventilated or airtight conditions.

Two important points emerge from those studies.

The microflora which develops on irradiated samples is much less varied than that of the control sample.

The microbial population of an irradiated sample rises up in a few days on a level with the initial one of the control, then goes on increasing while remaining, as a rule, slightly inferior to that of the control placed under the same conditions. This greatly lowers the practical interest of irradiation, which can only be used together with another treatment able to inhibit the quick growth of the residual microflora.

ZUSAMMENFASSUNG

GAMMABESTRAHLUNG UND LAGERUNG VON FEUCHTEM KÖRNERMAIS : MIKROBIOLOGISCHER ASPEKT

Während der mehrjährigen Arbeit über die Dekontamination und die mikrobiologische Stabilisierung von feuchtem Körnermais durch Gammabestrahlung, wurden folgende Punkte untersucht :

— Die depressive und selektive Wirkung der Bestrahlung auf die Mikroflora der Körner bei Bestrahlungsdosen von 100 bis 500 krad.

— Entwicklung der rückbleibenden Mikroflora in bestrahltem feuchten Körnermais (Was-

sergehalt ca. 35 p. 100) während der Lagerungsversuche unter belüfteter und beschlossener Atmosphäre.

Zwei wichtige Punkte treten dabei in den Vordergrund.

Die sich auf bestrahlten Proben entwickelnde Mikroflora ist weniger mannigfaltig als die, der Vergleichsproben.

Die Anzahl der Mikroben einer bestrahlten Probe steigt in einigen Tagen an und erreicht das Niveau des Vergleichsmusters. Das Wachstum geht weiter, bleibt aber etwas schwächer als das des unter gleichen Bedingungen gelagerten Vergleichsmusters. Durch diese Befunde verliert die Bestrahlung wesentlich an praktischem Interesse.

Dieses Verfahren kann sowieso nur in Verbindung mit einer anderen Behandlung eingesetzt werden die im Stande ist, die rasche Entwicklung der Residual-Mikroflora zu verhindern.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Beraha L., Ramsey G. B., Smith M. A., Wrigh W. R., 1959. Factors influencing the use of gamma radiation to control decay of lemons and oranges. *Phytopathology*, **49**, 91-96.

Buttiaux R., 1969. *Cours du C. E. R. B. A.* (non publié), Lille, France.

Cassagne H., 1961. *Milieux de culture. Collection technique de base*, Édition La Tourelle, Saint-Mandé.

Cropsey M. G., Leach C. M., Ching T. M., Sather L. A., Wiant D. E., 1962. The effects of cathode ray irradiation of wheat on surface moulds, respiration, flour flavour and odour, and germination. *Ann. appl. Biol.*, **50**, 487-505.

Dupuy P., Hermier J., Mocquot G., 1966. Destruction des micro-organismes par les radiations ionisantes. Application, 237-261. *Radiobiologie appliquée*, Gauthier-Villars, Paris.

Fifield C. C., Golumbic C., 1966. *Report presented at 51st annual meeting of American Cereal Chemists Association*, New York.

Golumbic C., Davis D. F., 1966. Radiation disinfestation of grain and seeds. *Food irradiation*, 473-488, International Atomic Energy Agency, Vienna.

Käfer E., 1963. Radiation effects and mitotic recombination in diploids of *Aspergillus nidulans*. *Genetics*, **48** (1), 27-45.

Kulik M. M., Justice O. L., 1967. Survival of two storage fungi after gamma radiation of host seeds. *Radiation Botany*, **6**, 407-412.

Metta V. C., Johnson B. C., 1959. *Agr. Food Chem.*, **7**, 131.

Pochon J., de Bacjac H., 1958. *Traité de microbiologie des sols*, Dunod, Paris.

Poisson J., Cahagnier B., Guilbot A., 1971. Sur la radiosensibilité des conidiospores de moisissures dominantes du maïs. Incidence sur la radurisation des grains. *Mycopathol. Mycol. appl.*, **45**, 193-209.

Poisson J., Cahagnier B., 1972. Aspect microbiologique de la conservation du maïs-grain par l'acide propionique. *Ann. Technol. agric.*, **21** (2), 99-122.

Saint-Lebe L., Pelegrin P., Guilbot A., 1966. Étude d'un traitement combiné pour le conditionnement du maïs récolté humide : irradiation gamma et séchage par ventilation contrôlée. *Food irradiation*, 439-459, International Atomic Energy Agency, Vienna.

Saint-Lebe L., 1969. Effets de l'irradiation gamma sur quelques caractéristiques technologiques du maïs d'amidonnerie, comparaison avec le séchage à haute température. *Die Stärke*, (1), 8-13.

Sommer N. F., Maxie E. C., 1966. Recent research on the irradiation of fruit and vegetables. *Food Irradiation*, 571-587, International Atomic Energy Agency, Vienna.

Webb D. B., Thiers H. D., Richardson L. R., 1959. Inhibition of mold growth by gamma radiation. *Appl. Microbiol.*, (7), 329-333.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (4), 773-785.

CONSERVATION OF WHEAT IN SILOS UNDER NITROGEN

J. SHEJBAL, A. TONOLO and G. CARERI

Snam Progetti s. p. A., Laboratori Studi e Ricerche di Base, Monterotondo, Roma (Italy)

SUMMARY

Laboratory and semi-industrial experiments were carried out on the conservation of wheat at different moisture content in silos under anaerobic conditions of a slow nitrogen flow (content in oxygen less than 0.5 p. 100). Although the controls were maintained in hermetically closed silos purged with pure air, insects developed and completely infested the cereal stored. By a successive 10 days purge of the infested silos, all insect parasites could be eliminated with nitrogen.

No insect infestation whatsoever was observed in the silos purged with nitrogen.

Qualitative analysis of stored wheat reveales no damage caused by the anaerobic conditions of the preservation, while mold counts were significantly lower even in high moisture grain preserved under nitrogen as compared with storage in air.

Data on insect mortality in anaerobic conditions, on mold development and complex qualitative analysis of wheat stored in nitrogen atmospheres will be presented.

INTRODUCTION

Our work on the conservation of cereals in nitrogen atmospheres has two main objectives : first, to eliminate insects and, second, to reduce the deterioration of cereals of elevated moisture content without introducing chemical insecticides and conservation additives.

It is unnecessary to stress the importance of reducing as much as possible whatever use of chemical additives and fumigants in general. Many examples of the misuse of various products in cereal storage exist and the reality of grain storage for human nutrition is often very alarming. Fumigants are applied in many silos without the indispensable knowledge for avoiding severe hazards for the consumer, in cells which are mostly far from gastight, thus allowing contamination of products in neighbouring cells which might be destined for immediate use. Grain washing is being ever more substituted by dry cleaning, thus practically making the use of certain powder insecticides impossible.

The advantages, especially in respect to insect control, of hermetic storage of cereals and the consequent creation of interstitial atmospheres poor in oxygen

has been recognized thousands years ago and practised in various forms in many parts of the world. Fundamental laboratory work on the effect of oxygen depletion on stored-cereal insects survival was done by DENDY and ELKINGTON (DENDY, 1918 ; DENDY and ELKINGTON, 1918, 1920) and later by BAILEY, (1955, 1956, 1957, 1965).

In absence of carbon dioxide, concentrations of less than 1 p. 100 oxygen are generally considered lethal for all stored-cereal insects and their larvae, although large variations in the time necessary for obtaining a 100 p. 100 kill occur in function of the temperature and relative humidity (KNIPLING, 1961 ; PRESS and HAREIN, 1966, 1967 ; PRESS, MARZKE and PEARMAN, 1967 ; HAREIN and PRESS, 1968 ; PERSON and SORENSON, 1970 ; JAY, ARBOGAST and PEARMAN, 1971 ; JAY and PEARMAN, 1971). The question of pratical possibilities of the application of nitrogen in large silos however was still left open.

There seems to be no advantage in continuously maintaining dry cereals in an inert atmosphere, if the development of insects is well under control (PIXTON, HYDE and AYERST, 1964 ; PIXTON and HILL, 1967 ; LE DU, 1969). It remained however necessary to prove that repeated short-term treatment with nitrogen, simulated by a long-term storage under nitrogen at rather elevated temperatures, causes no additional damage to grain as compared with conventional storage.

Deterioration of high moisture cereals in air-ventilated silos is a serious problem and long-term storage is impossible without drastic interventions, either by reducing the storage temperature or by the use of chemical additives.

The most important factor of high moisture grain deterioration during storage is the development of fungi (SEMENIUK, 1969 ; MILNER and GEDDES, 1969). Although low oxygen concentrations, in the range of 0.1 to 0.5, do not completely inhibit mould growth (MILNER, CHRISTENSEN and GEDDES, 1947 ; MILLER and GOLDING, 1949 ; BOTTOMLEY, CHRISTENSEN and GEDDES, 1950), some promising results have been described for the short duration storage of peanuts (JACKSON and PRESS, 1967 ; MOSELEY *et al.*, 1971). Rather negative results were obtained with low oxygen and high carbon dioxide concentrations for moist wheat storage in large bins (LE DU, 1968) and with nitrogen in small scale laboratory expriments (GLASS *et al.*, 1959). Neverthless, GLASS *et al.* conclude that at temperatures below 20°C and below 16 p.100 moisture content, « it might be possible to store wheat for considerable periods in inert gas without obvious damage ».

Data reported in this communication indicate that the conservation of large quantities of moist wheat in nitrogen for limited periods of time is feasable and advantageous as compared with traditional storage. Further work, especially of technological character, is needed for rendening this economically and practically highly advantageous procedure easily applicable.

METHODS

For our experiments, we use cylindrical laboratory silos in eternit with a capacity of 0.65 m^3 and semicommercial silos in fiber-glass (30 m^3). Several experiments were also carried out in small concrete elevators of 80 and 150 m^3. In all the struc-

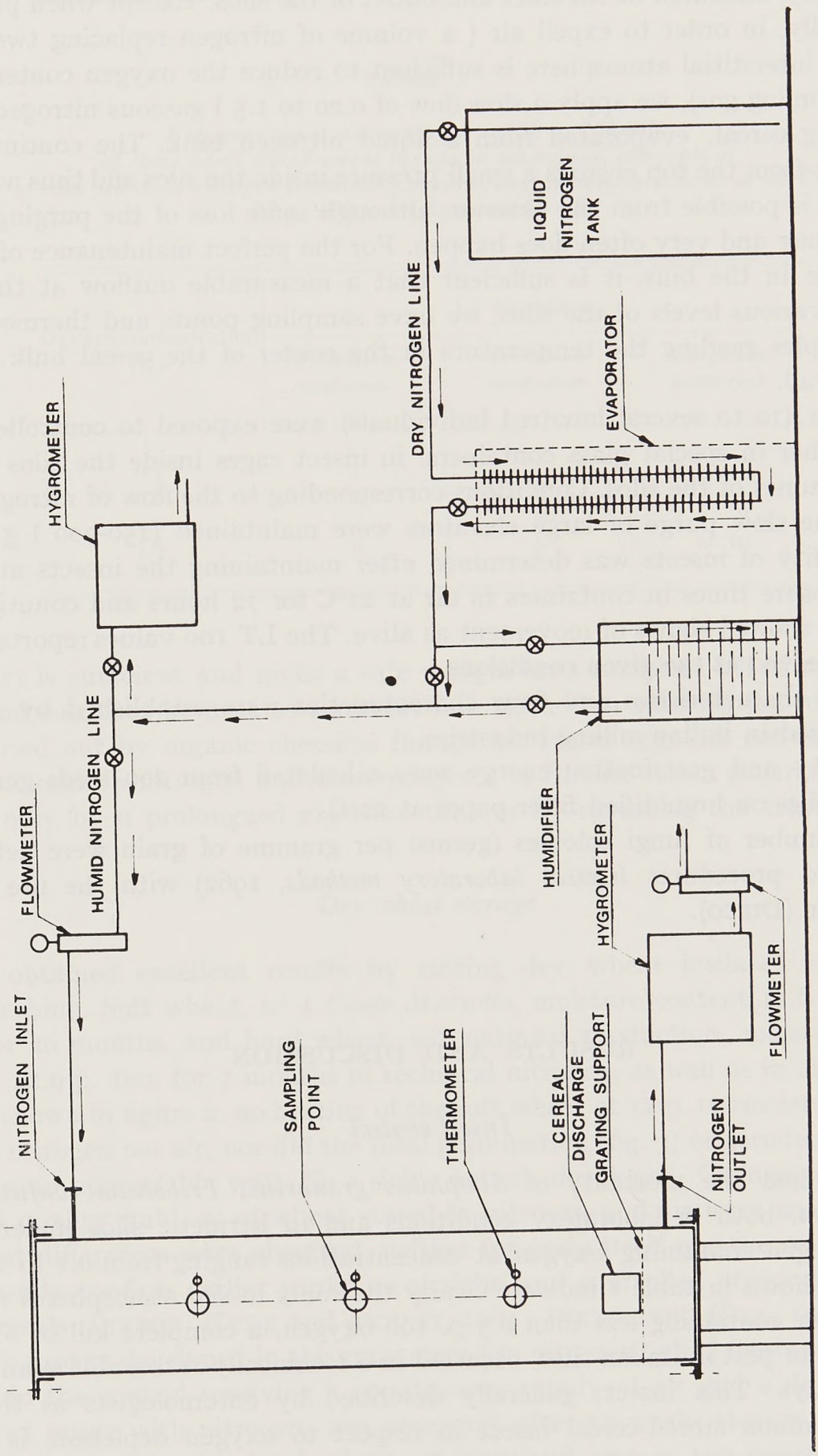


FIG. 1. — *Diagramme of nitrogen flow path for silo purge*

tures, nitrogen is introduced at the top as shown in figure 1. The gas can be conveniently humidified by bubbling through a water column, its flow and humidity is continuously measured at the inlet and outlet of the silos. Except when purging the silos rapidly, in order to expell air (a volume of nitrogen replacing two or three times the interstitial atmosphere is sufficient to reduce the oxygen content to that of the incoming gas), we apply a slow flow of 0.20 to 1.5 l gaseous nitrogen per hour per 100 kg cereal, evaporated from a liquid nitrogen tank. The continuous slow flow of gas from the top ensures a small pressure inside the silos and thus no diffusion of oxygen is possible from the exterior, although some loss of the purging gas, due to leaks, may and very often does happen. For the perfect maintenance of the inert atmosphere in the bins, it is sufficient that a measurable outflow at the bottom exist. At various levels of the silos, we have sampling points and thermometers or thermocouples reading the temperature in the center of the cereal bulk and near the silo wall.

Insects (10 to several hundred individuals) were exposed to controlled atmospheres either in special glass containers, in insect cages inside the silos or freely in limited zones of the silos. Conditions corresponding to the flow of nitrogen necessary for the slow purge of large elevators were maintained (150-200 l g N_2/ 1h). The mortality of insects was determined after maintaining the insects at the end of the exposure times in containers in air at 22°C for 72 hours and counting every insect that showed signes of movement as alive. The LT 100 values reported are the longest observed at the given conditions.

Wheat characteristics and flour characteristics were established by met hods generally used in italian milling industries.

Viability and germination energy were calculated from 200 seeds germinated in Petri dishes on humidified filter paper at 22°C.

The number of fungi colonies (germs) per gramme of grain were determined by standard procedures (*Cereal laboratory methods*, 1962) with the use of malt extract agar (DIFCO).

RESULTS AND DISCUSSION

Insect control

We studied the mortality of *Sitophilus granarius*, *Tribolium confusum* and *T. castaneum*, both in laboratory conditions and in hermetic silos under a slow flow of nitrogen containing oxygen at concentrations ranging from 0.1 to 1 p. 100. The results shown in table 1 indicate clearly that only in silo atmospheres resulting from nitrogen containing less than 0.5 p. 100 oxygen, a complete kill of *S. granarius*, the major pest in italian silos, occurred in a technically reasonable span of time of a few days. This insect, generally described by entomologists as the most resistant common stored-cereal insect in respect to oxygen depletion, is in fact able to use even very small quantities of oxygen present in the nitrogen applied and, before falling into a state of coma, it tries to get as near as possible to the point at which the gas is being introduced into the silos. We frequently found an ugly

mass of dormant insects near the inlet tube of our silos, when the oxygen concentration was higher than 0.5 p. 100. We conclude that a 10 days purge of large hermetic silos with technical nitrogen (< 0.5 p. 100 oxygen, incoming flow rate 150-

TABLE I

Exposure times necessary for a 100 p. 100 kill of some adult stored-cereal insects in interstitial atmosphere of silos fed with nitrogen containing various oxygen concentrations at 22°C, 70 p. 100 r. h., flow rate 50 l/h

Oxygen concentration (%)	LT 100 (days)		
	Tribolium confusum	*Tribolium castaneum*	*Sitophilus granarius*
0.1	1	1	2
0.5	2	2	4
0.8	3	3	9
1.0	6	5	> 10

200 l/hour) is sufficient and gives a safe margin for a complete kill of stored cereal insects and can thus be used as a residue-free method in substitution to desinfestations carried out by organic chemical fumigants. Insect eggs are not destroyed by the permanence in nitrogen and the emergence of further insect generations can be avoided only by a prolongued exposure time or by repeating the treatment.

Dry wheat storage

We obtained excellent results by storing dry wheat insilated immediately after thrashing. Soft wheat, n° 1 *Conte Marzotto*, moisture content 11.8 p. 100, was stored for 20 months, and hard wheat, n°1 national production, moisture content 10.5 and 12.9 p. 100, for 7 months in technical nitrogen, as well as in air ventilated bins. As shown in figure 2, no heating of the soft wheat at 12 p. 100 moisture occurred either in nitrogen nor air, nor did the total germination (fig. 3) or germinative energy change in an appreciable way. No « sick » kernels developed. Changes in the technological quality (tabl. 2) of wheat stored in nitrogen and air were normal and no significant differences were observed, neither for grain itself nor the resulting flour. These results confirm earlier works on airtight and controlled atmosphere storage of dry cereals (Pixton, Hyde and Ayerst, 1964 ; Pixton and Hill, 1967 ; Le Du, 1969). No insects developed in the grain stored in nitrogen, while insects proliferated actively in the control receiving a countinuous supply of air and a desinfestation, by a short purge with nitrogen, was necessary after 52 weeks storage.

The experiment with hard wheat, at 10.5 and 12.9 p. 100 moisture content, gave similar results. No heating and no change in germination was observed and the technological quality is perfectly maintained.

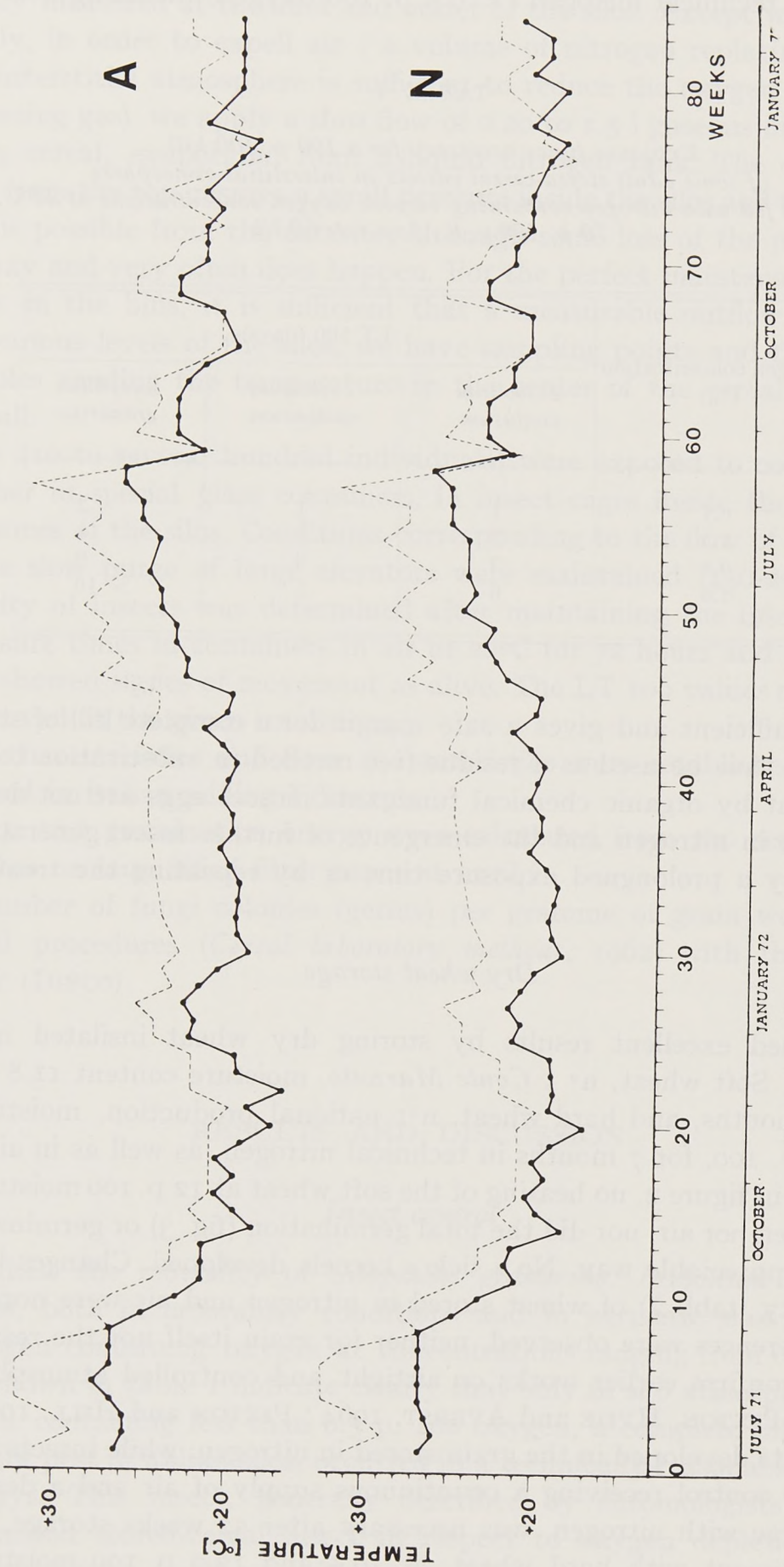


FIG. 2. — *Mean maximal temperatures* (full line) *in dry soft wheat*, Conte Marzotto, (350 kg) *stored in silos in air* (A) *and nitrogen* (N), *compared with the maximal ambient temperatures* (dashed line)

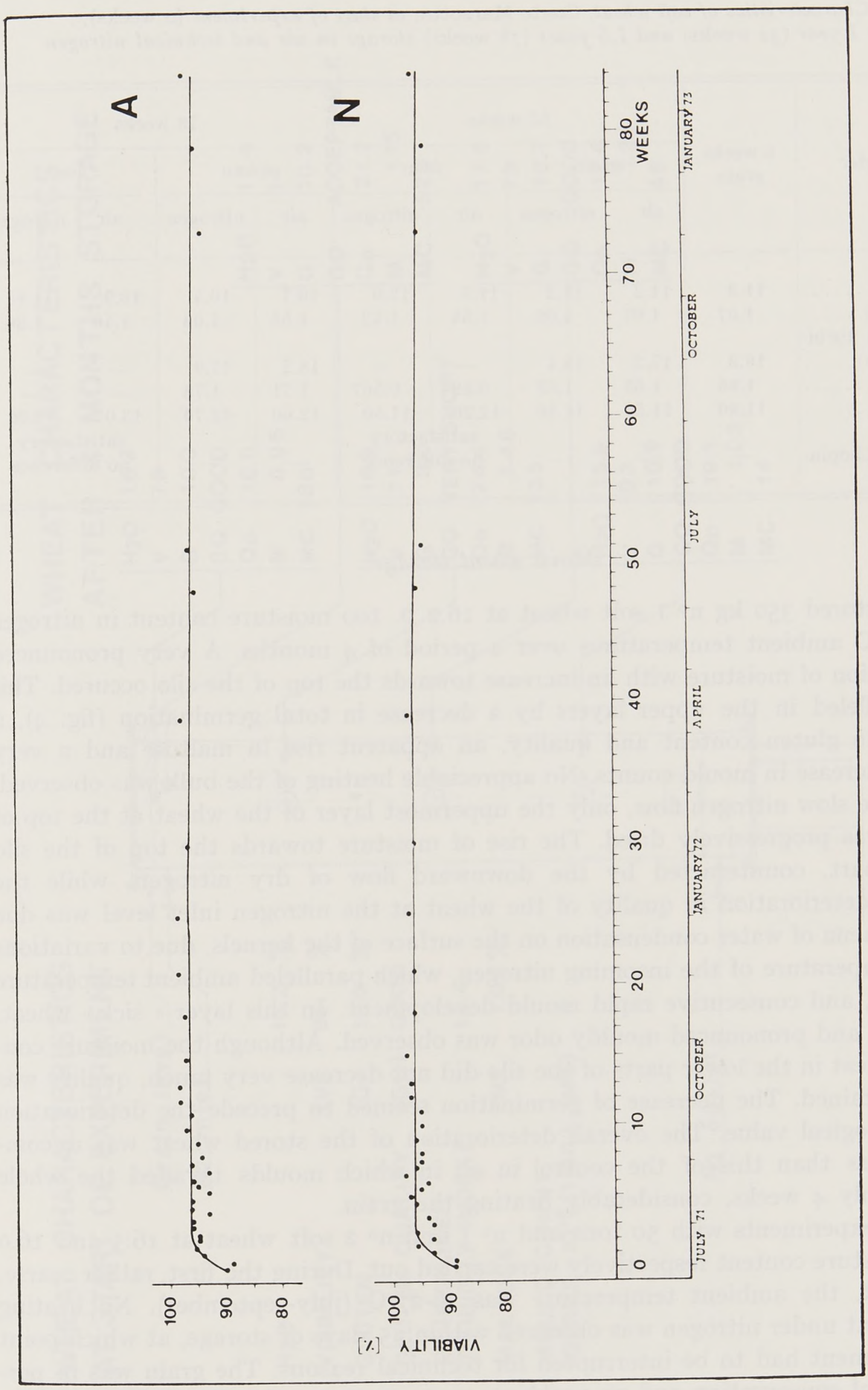


FIG. 3. — *Changes of viability of dry soft wheat*, Conte Marzotto, (350 kg) *stored in silos in air* (A) *and nitrogen* (N)

TABLE 2

Characteristics of soft wheat, Conte Marzotto, *at start of experiment* (0 weeks), *after 1 year* (52 weeks) *and 1,5 years* (78 weeks) *storage in air and technical nitrogen*

Parameter	0 weeks grain	52 weeks				78 weeks			
		grain		flour		grain		flour	
		air	nitrogen	air	nitrogen	air	nitrogen	air	nitrogen
Gluten (%)	11.3	11.2	11.2	11.7	12.0	10.7	10.4	10.9	11.1
Maltose (%)	1.07	1.07	1.03	1.54	1.42	1.05	1.08	1.40	1.36
Q_0 (Berliner turbidity index)	16.3	17.2	15.4	—	—	18.2	17.9	—	—
Ashes (%)	1.66	1.65	1.68	0.598	0.567	1.71	1.78	—	—
H_2O (%)	11.80	11.50	11.10	12.20	11.50	12.60	12.70	13.0	12.90
Alveogram Chopin.	—	—	—	satisfactory no difference		—	—	satisfactory no difference	

Moist wheat storage

We stored 350 kg n° 1 soft wheat at 16.2 p. 100 moisture content in nitrogen at 22-25°C ambient temperatures over a period of 4 months. A very pronounced stratification of moisture with an increase towards the top of the silo occured. This was paralleled in the upper layers by a decrease in total germination (fig. 4), a decrease in gluten content and quality, an apparent rise in maltose and a very marked increase in mould counts. No appreciable heating of the bulk was observed. Due to the slow nitrogen flow, only the uppermost layer of the wheat at the top of the silo was progressively dried. The rise of moisture towards the top of the silo was, in part, counteracted by the downward flow of dry nitrogen, while the excessive deterioration in quality of the wheat at the nitrogen inlet level was due to phenomena of water condensation on the surface of the kernels, due to variations of the temperature of the incoming nitrogen, which paralleled ambient temperature variations, and consecutive rapid mould development. In this layer « sick » wheat, developed and pronounced mouldy odor was observed. Although the moisture content of wheat in the lower parts of the silo did not decrease very much, quality was well maintained. The decrease of germination seemed to precede the deterioration of technological value. The overall deterioration of the stored wheat was uncomparably less than this of the control in air in which moulds invaded the whole bulk in only 4 weeks, considerably heating the grain.

Two experiments with 50 tons and n° 1 and n° 2 soft wheat at 16.5 and 16.0 p. 100 moisture content respectively were carried out. During the first, rather coarse, experiment, the ambient temperature was 26-27°C (july-september). No heating of the wheat under nitrogen was observed within 45 days of storage, at which point the experiment had to be interrupted for technical reasons. The grain was in perfect state of conservation and no problems were encountered when discharging the silo. The same n° 2 grain stored in air had heated considerably and had clumped to such an extent that it had to be extracted mechanically from the silo.

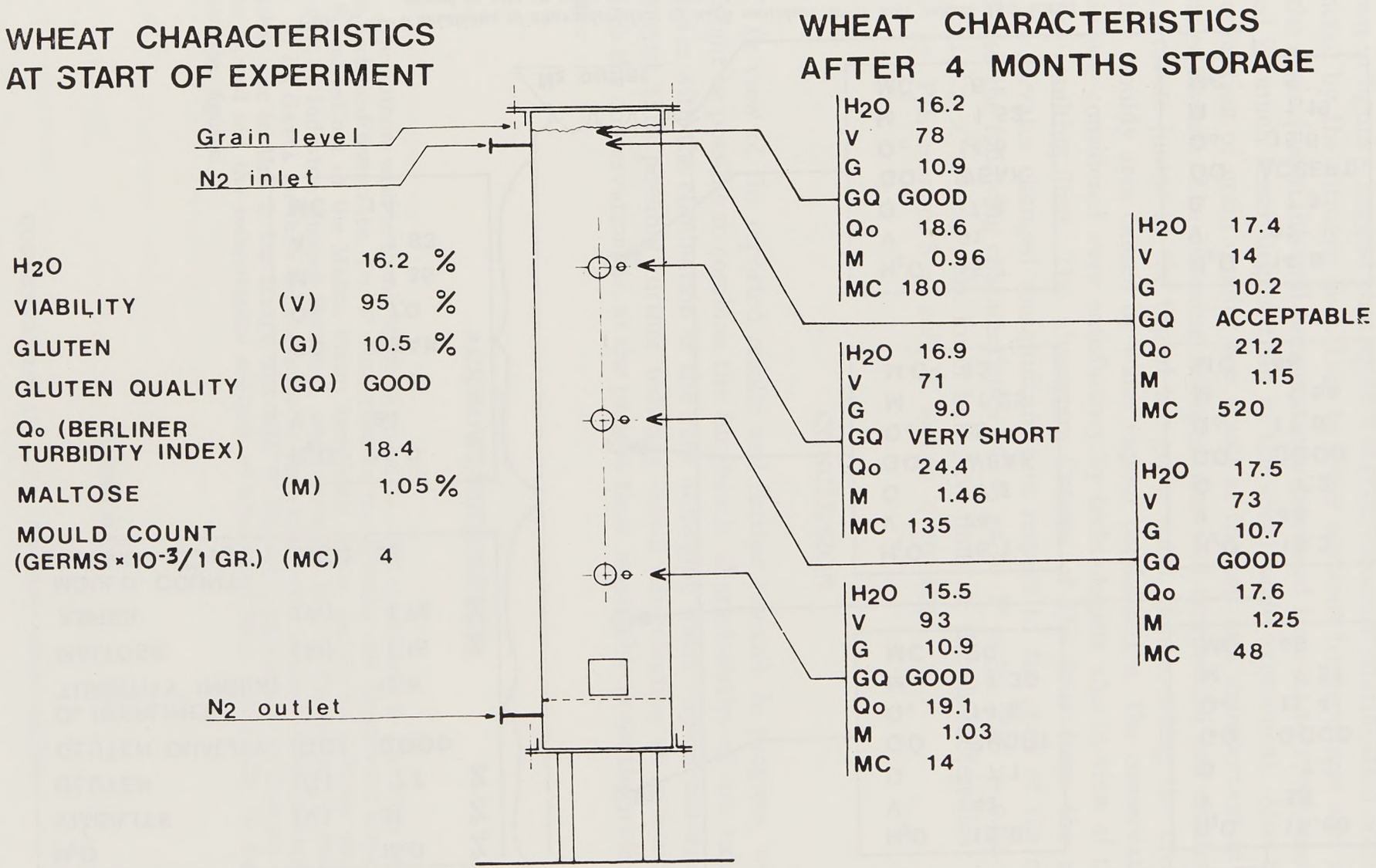


FIG. 4. — *Variations of characteristics of high moisture n° 1 soft wheat* (350 kg) *stored in silo in nitrogen at 22-25°C ambient temperatures*

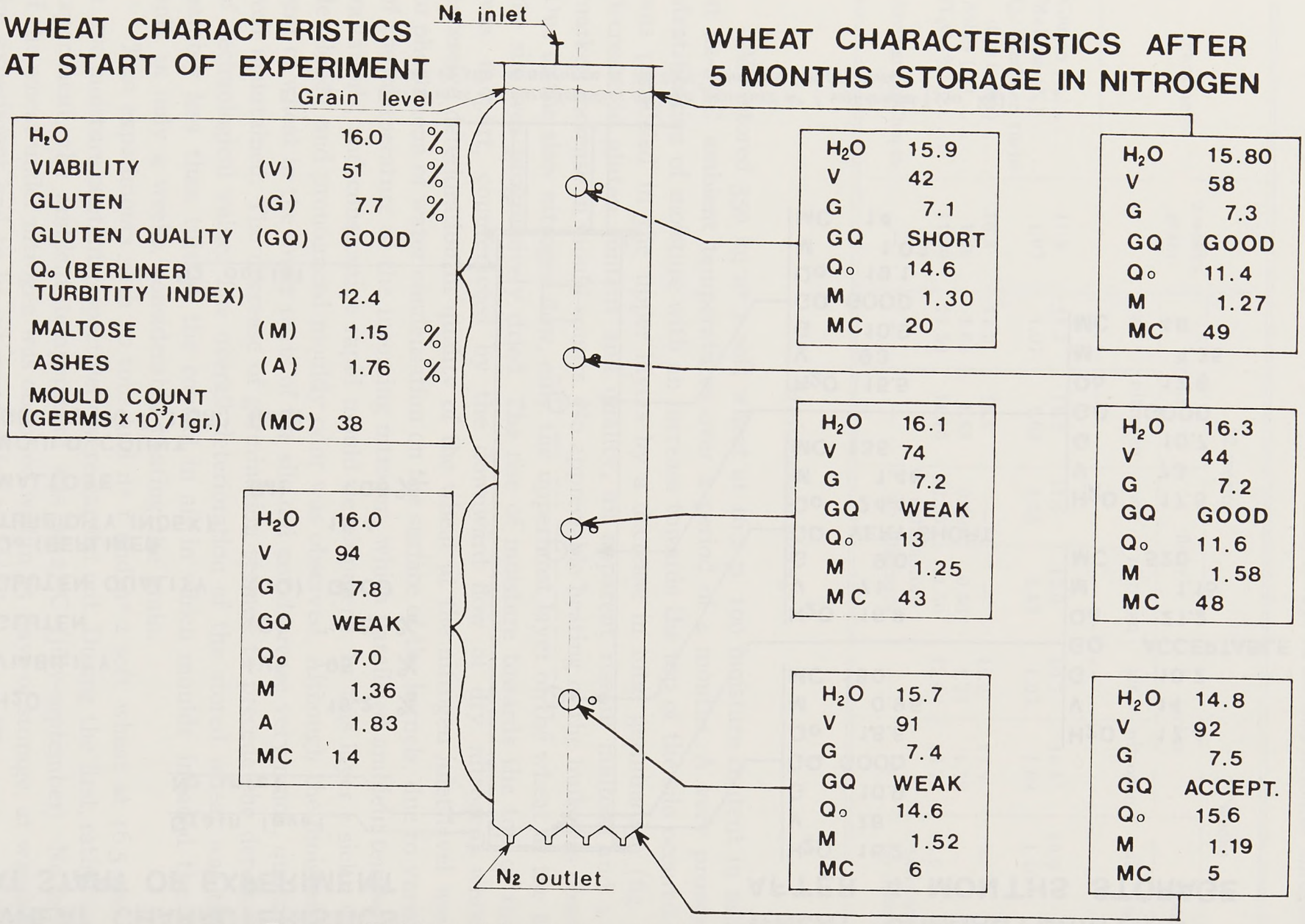


FIG. 5. — *Variations of characteristics of high moisture n° 3 soft wheat* (50 tons) *stored in silo in nitrogen at 22 to 15°C ambient temperatures*

The second experiment was carried out at ambient temperatures slowly decreasing from 22 to 15°C. Fifty tons of n° 3 soft wheat were stored for 5 months (september-february) in nitrogen, without running a control storage in air. The results shown in figure 5 suggest that again a certain moisture stratification occured, counteracted by the nitrogen flow. Due to lower ambient temperatures and no heating of the grain (mean internal temperatures decreased from 24 to 17°C), moulds developed in much lesser degree than in the small scale experiment. Also the overall deterioration of grain quality was small at the top and unimportant in the lower parts of the silo. The incoming nitrogen was well temperated and created no rapid temperature jumps at the top of the grain mass, thus avoiding the creation of a highly mouldy area caused by water vapour condensation. The conservation of this grain was considered very satisfactory by technologists also in view of the quality of the resulting flour. The alveogram CHOPIN of the flour from the upper half of the elevator changed unsignificantly in respect to the start of the experiment and had the following characteristics : G = 22.50, P = 57, P/L = 0.64. S = 222, W = 145.2 × 10^3 erg ; the lower half gave flour of the characteristics : G = 22.5, P = 57, P/L = 0.66, S = 208, W = 136 × 10^3 erg.

CONCLUSION

In view of the reported results and further research in progress, we feel that it might be possible to combine the fungistatic characteristics of low oxygen atmospheres with the elimination of the very damaging water vapour condensation phenomena, thus possibly further reducing cereal deterioration at moisture levels at which the conservations is, at the present time, impossible in southern climate conditions.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors wish to thank M. R. ANTONELLI, P. CATANI and R. CAVAIOLI for their excellent technical assistance, Dr. P. AGOSTINELLI for enabling the commercial scale experiments to be carried out in the Mulino Pietro Agostinelli, Rome, and for his valuable advise and help, as well as Industrie Buitoni Perugina, and personally Ing. C. CROCI, Dr. V. PORTICELLI and Mr. A. LA GATTA for their collaboration in the experiments of hard wheat storage. Thanks are further due to Mrs. I. DE MARCO and Miss R. BIANCHI, Laboratory of Romana Macinazione, who carried out the technological analysis of wheat and flour, and to Mr. G. LEONARDI who drew the figures.

RÉSUMÉ

CONSERVATION DU BLÉ, EN SILO, SOUS AZOTE

Des expériences de conservation en silo de blé à différentes teneurs en eau, en conditions anaérobies sous un léger courant d'azote (atmosphère à moins de 0,5 p. 100 d'oxygène) ont été réalisées à l'échelle du laboratoire et à l'échelle semi-industrielle.

Bien que les lots témoins aient été maintenus en silos purgés à l'air pur et hermétiquement fermés, les insectes s'y sont développés et ont totalement infesté les céréales ainsi stockées.

Tous les insectes parasites purent être éliminés par une purge à l'azote, de dix jours consécutifs, du silo infesté.

Aucune infestation d'insectes ne fut observée dans les silos purgés à l'azote.

L'analyse qualitative du blé ainsi stocké ne révèle aucune altération imputable au stockage en anaérobiose.

Par ailleurs, le nombre des moisissures est significativement plus faible dans le cas des grains stockés sous azote, même à des teneurs en eau élevées, que dans le cas de grains conservés sous atmosphère normale.

Des résultats concernant le taux de mortalité des insectes en conditions anaérobies, le développement des moisissures et des analyses de la qualité du blé stocké sous atmosphère d'azote sont présentés.

ZUSAMMENFASSUNG

AUFBEWAHRUNG VON WEIZEN IN SILOS UNTER STICKSTOFFATMOSPHÄRE

In semiindustriellen- und Laboratoriums Massstab wurde die Aufbewahrung von Weizen mit verschiedenen Feuchtigkeitsgehalten in Silos unter anaerobischen Bedingungen im langsamem Stickstofftrom (Sauerstoffgehalt weniger als 0,5 p. 100) erprobt. Obwohl die Kontrollen in hermetisch geschlossenen Silos, durchströmt mit reiner Luft, aufbewahrt wurden, entwickelten sich Insekten, die das Getreide völlig infizierten. Durch eine nachträgliche zehn Tage dauernde Stickstoffwaschung der infizierten Silos, konnten alle Parasiten vernichtet werden.

Es wurde keine Infizierung der Silos unter Stickstoffatmosphäre beobachtet. Die qualitative Analyse von konserviertem Getreide wies keine, durch die anaerobischen Bedingungen der Aufbewahrung bedingte Schäden auf, während die Entwicklung von Pilzen sogar in sehr feuchtem Getreide im Stickstoffstrom signifikant niedriger war als in der Luftatmosphäre.

Es wird über Ergebnisse des Absterbens von Insekten in anaerobischen Bedingungen, der Entwicklung von Pilzen und der qualitativen Analyse von in Stickstoffatmosphäre aufbewahrten Weizen berichtet.

REFERENCES

Bailey S. W., 1955. Airtight storage of grain ; its effect on insect pests. I. *Calandra granaria* L. (Coleoptera, Curculionidae). *Aust. J. agric. Res.*, **6**, 33-51.

Bailey S. W., 1956. Airtight storage of grain ; its effect on insect pests. II. *Calandra oryzae* (small strain). *Aust. J. agric. Res.*, **7**, 7-19.

Bailey S. W., 1957. Airtight storage of grain ; its effect on insect pests. III. *Calandra oryzae* (large strain). *Aust. J. agric. Res.*, **8**, 595-603.

Bailey S. W., 1965. Airtight storage of grain ; its effect on insect pests. IV. *Rhyzopertha dominica* (F.) and some Coleoptera that infest stored grain. *J. stor. Prod. Res.*, **1**, 25-33.

Bottomley R. A., Christensen C. M., Geddes W. F., 1950. The influence of various temperatures, humidities, and oxygen concentrations on mould growth and biochemical changes in stored yellow corn. *Cereal Chem.*, **27**, 271-296.

Cereal laboratory methods, 1962.(7th ed.) The American Association of Cereal Chemists, St. Paul, Minn., U. S. A.

Dendy A., 1918. Report on the effect of airtight storage upon grain insects. Part I. *Rep. Grain Pests Comm. roy. Soc.*, (1).

Dendy A., Elkington H. D., 1918. Report on the effect of airtight storage upon grain insects. Part II. *Rep. Grain Pests Comm. roy. Soc.*, (3).

Dendy A., Elkington H. D., 1920. Report on the effect of airtight storage upon grain insects. Part III. *Rep. Grain Pests Comm. roy. Soc.*, (6).

Glass R. L., Ponte J. G., Christensen C. M., Geddes W. F., 1959. Grain storage studies. XXVIII. The influence of temperature and moisture level on the behaviour of wheat stored in air or nitrogen. *Cereal Chem.*, **36**, 341-356.

HAREIN P. K., PRESS A. F., 1968. Mortality of stored-peanut insects exposed to mixtures of atmospheric gases at various temperatures. *J. stor. Prod. Res.*, (4), 77-82.

JACKSON C. R., PRESS A. F., 1967. Changes in mycoflora of peanuts stored at two temperatures in air or in high concentrations of nitrogen or carbon dioxide. *Oléagineux*, **22**, 165-168.

JAY E. G., ARBOGAST R. T., PEARMAN G. C., 1971. Relative humidity : its importance in the control of stored-product insects with modified atmospheric gas concentrations. *J. stor. Prod. Res.*, (6), 325-329.

JAY E. G., PEARMAN G. C., 1971. Susceptibility of two species of *Tribolium* (Coleoptera : *Tenebrionidae*) to alterations of atmospheric gas concentrations. *J. stor. Prod. Res.*, (7), 181-186.

KNIPLING G. D., SULLIVAN W. N., FULTON R. A., 1961. The survival of several species of insects in a nitrogen atmosphere. *J. econ. Entomol.*, **54**, 1054-1055.

LE DU J., 1968. Conservation du blé sous vide, sous atmosphère confinée, sous atmosphère de gaz carbonique. Conservation d'orge de brasserie sous atmosphère confinée. *Ind. aliment. agric.*, 811-821.

LE DU J., 1969. Expérience « Blé longue durée n° 2 » 1966-1968. *C. R., C. N. E. E. M. A.*

MILLER D. D., GOLDING N. S., 1949. The gas requirement of molds. V. The minimum oxygen requirements for normal growth and for germination of six mold cultures. *J. dairy Sci.*, **32**, 101-110.

MILNER M., CHRISTENSEN C. M., GEDDES W. F., 1947. Grain storage studies. VI. Wheat respiration in relation to moisture content, mold growth, chemical deterioration and heating. *Cereal Chem.*, **24**, 182-199.

MILNER M., GEDDES W. F., 1969. in J. A. ANDERSON and A. W. *Storage of cereal grains and their products*, 77, The american Association of Cereal Chemists, St. Paul, Minn., U. S. A.

MOSELEY Y. C., MANBECK H. B., BARNES G. L., NELSON G. L., 1971. Controlled atmosphere for short-duration storage of peanuts before drying. *Trans.* A.S.A.E., 206-210.

PERSON N. K., SORENSON J. W., 1970. Use of gaseous nitrogen for controlling stored-product insects in cereal grains. *Cereal Chem.*, **47**, 679-686.

PIXTON S. W., HILL S. T., 1967. Long-term storage of wheat. *J. Sci. Food. Agric.*, **18**, 94-98.

PIXTON S. W., HYDE M. B., AYERST G., 1964. Long-term storage of wheat. *J. sci. Food. Agric.*, **15**, 152-161.

PRESS A. F., HAREIN P. K., 1966. Mortality of red flour beetle adults and indian-meal moth larvae in nitrogen and carbon dioxide. *J. Georgia Entomol. Soc.*, **1**, 15-17.

PRESS A. F., HAREIN P. K., 1967. Mortality of *Tribolium castaneum* (Herbst) (Coloeoptera *Tenebrionidae*) in simulated peanut storage purged with carbon dioxide and nitrogen. *J. stored Prod. Res.*, **3**, 91-96.

PRESS A. F., MARZKE F. O., PEARMAN G. C., 1967. Mortality of *Trogoderma glabrum* larvae in simulated wheat storage purged with CO_2 or N_2. *J. econ. Entomol.*, **60**, 415-416.

SEMENIUK G., 1969. in J. A. ANDERSON and A. W. ALCOCK, *Storage of cereal grains and their products*, 77, The American Association of Cereal Chemists, St. Paul, Minn. U. S. A.,

SECTION VIII

- INCIDENCE DES CONDITIONS DE CONSERVATION SUR LES APTITUDES TECHNOLOGIQUES ET NUTRITIONNELLES DES GRAINS.
- EFFECT OF STORAGE CONDITIONS UPON TECHNOLOGICAL FITNESS AND FOOD VALUE OF GRAINS.
- EINFLUSS DER LAGERUNGSBEDINGUNGEN AUF DIE TECHNOLOGISCHEN EIGENSCHAFTEN UND NAHRUNGSWERT VON GETREIDE.

Sous la présidence

de

M. SPILLANE (Irlande)

et M. CALET (France)

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (4), 789-806.

INFLUENCE DES CONDITIONS DE RÉCOLTE, DE SÉCHAGE ET DE CONSERVATION SUR LA VALEUR ALIMENTAIRE DES CÉRÉALES

C. CALET

Station de Recherches avicoles,
Centre de Recherches de Tours, I. N. R. A.,
B. P. 1, Nouzilly, 37380 Monnaie (France)

RÉSUMÉ

L'espèce, la variété et les conditions culturales sont des facteurs importants, mais non essentiels, qui déterminent la valeur alimentaire des céréales.

Les conditions de récolte, de séchage et de conservation ont également des conséquences importantes sur la composition chimique du grain, la répartition de la flore qu'il héberge et sa valeur hygiénique et alimentaire.

D'une manière générale, ces conditions touchent profondément la structure de l'amidon et, à un degré moindre, la composition glucidique et protidique des grains. Elles altèrent davantage leurs lipides. Ces données ne permettent guère de prévoir les conséquences de ces conditions sur la valeur alimentaire globale des céréales : elles affectent peu leur valeur énergétique alors qu'elles retentissent considérablement sur la solubilité de leurs protéines et sur la disponibilité de leurs acides aminés.

Les céréales récoltées humides doivent être ou ensilées (alimentation des ruminants) ou desséchées artificiellement. Dans ce dernier cas, deux facteurs sont particulièrement importants : les conditions de stockage des grains avant le séchage et la température de la déshydratation.

Les tas de grains humides qui attendent d'être séchés sont le siège d'un « échauffement » et d'une réduction de moitié de la disponibilité des acides aminés. On évite l'un et l'autre par une ventilation dans la masse d'air ambiant. Toutefois on n'évite pas le développement considérable de la flore dont certains représentants secrètent des toxines et peuvent rendre les céréales impropres à la consommation.

Au-delà de 100°C, la température de séchage réduit d'autant plus l'efficacité nutritionnelle qu'elle est plus élevée.

La plus grande part des céréales est cultivée pour servir d'aliments aux hommes et aux animaux. Toutefois, avant d'être consommés, les grains doivent être conservés. Aussi convient-il de s'interroger sur les effets des différentes étapes de la conservation sur la valeur alimentaire des grains.

Nous ne parlerons que des grains destinés à l'alimentation des animaux domestiques et plus spécialement des porcs et des volailles. Nous parlerons surtout du maïs dont l'intérêt va sans cesse croissant pour le bétail et qui pose plus que les autres des problèmes de conservation, étant donné qu'il est rarement récolté suffisamment sec pour être entreposé tel quel.

Beaucoup d'auteurs ont souligné l'importance des micro-organismes qui se développent au cours de la conservation des grains humides, le plus souvent à partir des germes propres au grain. *Penicillium* et *Aspergillus* prolifèrent considérablement au cours du stockage (Moreau, 1968). Il faut remarquer que bien souvent les champignons prennent le pas sur les bactéries (Christensen et Kaufman, 1955). Multon, Poisson et Guilbot (1969) montrent que le nombre des bactéries diminue lorsque le taux d'humidité relative tombe au-dessous de 60-62 p. 100, alors qu'à la récolte on dénombre moins de moisissures que de bactéries. Cette diminution est d'autant plus rapide que la température de stockage est plus élevée. Les moisissures sont à l'origine de processus de dégradation tels que l'oxydation des acides gras ou l'apparition de substances toxiques dont la plus connue est l'aflatoxine. Il en résulte une perte de la valeur nutritionnelle, hygiénique et même technologique des grains qui pourrait expliquer certains cas de dystrophie musculaire chez le porc nourri de grains moisis et des diminutions de la ponte chez la poule (de Andres, de Andres et Calet, 1970) ou de la fertilité du coq (de Andres, de Andres, 1970).

Il est toutefois difficile d'attribuer la totalité de ces effets néfastes aux micro-organismes du grain, car au cours de la conservation ce dernier évolue et est également le siège d'activités enzymatiques.

En 1963, Poisson et Guilbot ont établi une relation entre le nombre des micro-organismes des blés, la chute du pouvoir germinatif, la valeur boulangère du grain et l'abaissement de l'appétence du bétail qui en est nourri. Il est sans doute difficile là encore de conclure sans tenir compte de l'origine des micro-organismes d'une part et de celle des grains de l'autre, puisque Thomas, Jensen et McGinnis (1961) ont augmenté la valeur alimentaire de l'orge en la trempant dans l'eau, ce qui permet le développement des micro-organismes.

On récolte des grains humides de plus en plus souvent. En effet on dispose, d'une part, de variétés précoces qui poussent dans des zones de plus en plus septentrionales : le grain est mûr mais le climat n'est pas assez chaud pour le rendre sec ; ou bien, d'autre part, on réduit la durée de végétation de la plante et on dispose alors d'un grain immature.

Dans l'un et l'autre cas, la teneur en eau du grain est élevée, de l'ordre de 35 p. 100, et il faut bien mettre en œuvre des moyens artificiels de conservation du grain soit à l'état humide, soit après déshydratation.

Le problème est alors de savoir quelles sont les répercussions de ces méthodes sur la valeur alimentaire du grain.

Beaucoup d'études ont été faites avec les céréales humides et immatures — souvent avec la plante entière — en alimentation des ruminants. Nous prendrons quelques exemples qui ne traitent que des grains. En revanche, une littérature beaucoup moins abondante concerne le séchage artificiel des grains et leurs résultats intéressent plus particulièrement les volailles et les porcs.

I. — EFFET DU STADE DE RÉCOLTE DE LA CÉRÉALE SUR LES CARACTÉRISTIQUES ET LA VALEUR ALIMENTAIRE DES GRAINS

En prenant un exemple, nous distinguerons d'une part la valeur alimentaire des grains récoltés en épis et des grains égrénés et d'autre part les céréales matures et immatures.

a) Une première expérience concerne la comparaison entre épis ensilés immatures et les grains séchés (Février, Aumaitre, Salmon-Legagneur, 1971 ; Février, Bourdon et Chambolle, 1972). Les chercheurs de cette même équipe ont étudié au cours de plusieurs années la valeur nutritive de maïs séchés et conservés dans différentes conditions. Nous ferons souvent appel à leurs résultats, mais dans le cas présent nous extraierons seulement quelques données qui concernent le maïs conservé en épis ; les valeurs du tableau I ne sont que des moyennes de plusieurs expériences.

TABLEAU I

Efficacité des épis de maïs immature pour le porc en croissance-finition par rapport au maïs-grain déshydraté à la récolte

	Grains secs	Épis immatures
En aliment complet		
Gain de poids journalier (g)	572	456
Énergie digestible (calculée) (kcal/kg MS)	3 940	3 315
Coefficient d'utilisation digestive de l'azote (%)	86,8	79,7
Coefficient de rétention azotée (%)	53,5	55,2
Maïs seul (1)		
Matière sèche (%)	90	49,6
Énergie digestible (kcal/kg MS)	3 787	3 320
CUD azoté (%)	79,8	65,6
Coefficient de rétention azotée (%)	12,7	7,27

(1) D'après Fevrier, Bourdon et Chambolle, 1972.

Les auteurs ont comparé le maïs récolté en grains à maturité et en épis immature. Dans le premier cas, il est séché à basse température ; dans le second, il est ensilé après broyage ; les échantillons sont conservés six mois. Au moment de l'expérience, les maïs sont distribués seuls ou incorporés dans un aliment complet, en présence de soja, de complément minéral et vitamines. Les régimes sont distribués à des porcs en croissance-finition dont certains sont placés en cage à bilan.

Ainsi, par rapport au maïs-grain séché immédiatement, le maïs conservé en épis est moins efficace quel que soit le critère, qu'il s'agisse de digestibilité, de l'énergie ou de l'azote ou encore de l'efficacité azotée. Il en résulte que le gain de poids des sujets est moins élevé, ce qui est associé d'ailleurs à une consommation d'aliment généralement moindre.

Des résultats obtenus par les mêmes auteurs chez la truie en gestation et en lactation sont également en défaveur du maïs en épis ensilé. Les truies nourries de ce dernier ont sensiblement le même nombre de porcelets à la naissance, ces derniers ont le même poids, mais le gain de poids que prend la mère au cours de la gestation est moins grand (24,5 kg contre 39) alors que sa perte de poids pendant la lactation est plus accusée (15 kg contre 5,7).

En réalité en comparant grain de maïs et épi, on met en parallèle des aliments peu comparables puisque l'épi possède en plus des grains la rafle qui n'a pas de grande valeur nutritive. C'est pourquoi Borgida et Delort-Laval (1971) ont comparé des épis d'un même lot séchés et ensilés. Leurs principaux résultats apparaissent dans le tableau 2.

TABLEAU 2

Efficacité azotée chez le porc du maïs immature séché ou ensilé en épis

	Épis séchés	Épis ensilés
Coefficient de digestibilité de l'azote (%)	74,7	79,5
Coefficient de rétention azotée (%)	52,9	36,9

Les auteurs remarquent que les épis ensilés présentent plusieurs avantages par rapport aux épis séchés : le transit digestif est ralenti, ce qui permet une dégradation plus intense de l'amidon dans l'intestin. Ils considèrent que le maïs ensilé accroît vraisemblablement la sécrétion d'amylase salivaire. Ces phénomènes sont importants, mais ils sont insuffisants pour remédier aux défauts que présente l'épi ensilé en ce qui regarde l'efficacité azotée.

On peut s'interroger sur la perte de la valeur alimentaire du maïs ensilé en épis. Les raisons n'en sont pas très claires, mais les travaux de Jones (1971) font penser que les épis ensilés ont pu s'échauffer, être davantage contaminés par des champignons et avoir un pH très bas, conséquence du métabolisme des glucides alcoolosolubles qui sont fermentés par les moisissures. On sait aussi que l'échauffement du grain conduit à une indisponibilité notable des acides aminés.

b) D'autres essais ont permis de comparer les céréales mûres et immatures récoltées au même taux d'humidité (35 p. 100).

Chez le porc, la valeur énergétique du maïs immature est légèrement plus élevée que celle du maïs mûr : 3 930 kcal d'énergie digestible/kg de matière sèche au lieu de 3 790.

Février, Aumaitre et Salmon-Legagneur (1971) observent également un meilleur coefficient de rétention azotée.

Becker, Schultz et Schultz (1965) ont des résultats identiques et apportent quelques précisions. Ils remarquent que les avantages des céréales immatures sont plus importants avec l'avoine qu'avec le blé. Sans doute est-ce parce que l'avoine s'enrichit beaucoup plus en cellulose que le blé au cours de la maturation et de ce fait présente un coefficient de digestibilité moins élevé.

Chez les Ruminants, l'usage des céréales humides et immatures n'est pas nouveau. Les apports des stations américaines du Minnesota, du North Dakota ou encore des laboratoires anglais dans le cas de l'orge récoltée à 35 p. 100 d'humidité, sont nombreux.

Krall (1972) alimente de jeunes taureaux avec des grains d'orge soit récoltés précocement à 35 p. 100 d'eau (high moisture barley) soit avec de l'orge séchée. Il obtient les mêmes performances avec une tendance favorable pour l'orge humide. Voici ses résultats, la moyenne portant sur dix comparaisons pendant sept années (tabl. 3).

TABLEAU 3

Efficacité comparée de l'orge séchée ou à 35 p. 100 d'humidité chez le jeune taureau

	Orge humide	Orge séchée
Gain de poids journalier (g.)	1 170	1 100
Consommation d'orge g de MS/jour....	6 177	5 840

L'orge humide n'est donc pas contre-indiquée mais l'animal n'en retire pas de bénéfice au niveau de l'indice de consommation.

A noter cependant que le jeune bovin s'habitue beaucoup plus vite et beaucoup mieux à l'alimentation sous forme humide par rapport à l'alimentation sèche lorsqu'on substitue dans son régime les grains au fourrage.

Cela tient au fait que moins de troubles digestifs apparaissent. McCaffree et Merrill (1968) et McCaffree, Merrill et Smith (1972) publient les mêmes conclusions dans le cas de vaches laitières alimentées avec du maïs-grain à haut taux d'humidité. Ils remarquent que ce dernier présente une digestibilité légèrement supérieure à celle du maïs desséché — 89,8 p. 100 contre 83,5 — mais il induit une sous-consommation qui retentit sur le taux de matière grasse du lait. Cela veut dire que la composition du concentré complémentaire qui est distribué aux vaches laitières doit être différent selon que le maïs est sec ou humide.

Chez les volailles, la thèse de Thomke (1972) fournit des résultats substantiels sur un sujet peu exploré. Contrairement aux mammifères, les volailles ne retirent pas de profit de l'alimentation avec des grains humides. L'auteur considère plusieurs échantillons d'orge récoltés à des stades de maturité différents et mesure leur valeur alimentaire à la fois chez le poulet et la poule. Les résultats sont consignés dans le tableau 4.

Au fur et à mesure que le grain mûrit, son efficacité s'améliore et ceci est le fait à la fois d'une augmentation de la digestibilité des protéines et des glucides mais aussi de l'efficacité azotée, comme en témoignent les valeurs du tableau 5.

Ainsi, pour tous les critères, mais spécialement pour ceux qui concernent l'efficacité azotée, une récolte retardée est toujours plus profitable à la valeur alimentaire de l'orge qu'une récolte précoce qui correspond à un taux d'humidité trop élevé.

TABLEAU 4

Gain de poids de poulets (g) *nourris d'orge récoltée à trois stades différents de maturité*

	Jaune	Jaune avancé	Mûr
Gain de poids à 4 semaines	585	590	606
Gain de poids à 8 semaines	1 627	1 634	1 714

TABLEAU 5

Analyse de l'effet de la maturité du grain d'orge sur sa valeur alimentaire

	Récolte précoce	Récolte à maturité
Coefficient de digestibilité (%) :		
Matière organique	75,1	76,6
Protides	78,9	81,9
Matières grasses	79,4	79,3
Hydrates de carbone	73,8	75,0
Énergie métabolisable (kcal/kg MS)	2 920	2 970
Valeur biologique des protides (1)	66,3	69,5
Valeur nette des protides (1)	54,3	57,8

(1) Mesurée chez le rat.

Là encore, cette conclusion ne s'applique qu'à l'orge, car les études anciennes de Zeleny (1935) montraient que, chez le maïs, la teneur en zéine ne faisait qu'augmenter du stade laiteux jusqu'à la maturité et même au cours de la conservation du grain sec, ce qui diminuait d'autant l'efficacité azotée du grain. Il est vrai qu'en contrepartie la valeur alimentaire des glucides du maïs s'accroît dans les mêmes temps.

c) Comparaison des grains mûrs séchés ou ensilés.

Chez le Porc, les expériences déjà citées de Février, Aumaitre et Salmon-Legagneur (1971) permettent de comparer l'efficacité de grains de maïs d'un même lot récolté à 35 p. 100 d'humidité dont une partie a été séchée à basse tem-

pérature et l'autre ensilée après broyage. Leurs résultats sont rapportés dans le tableau 6.

Alors que la conservation par ensilage améliore très peu l'efficacité azotée, elle diminue nettement la valeur énergétique de la matière sèche du grain. Il en résulte une augmentation de la consommation journalière, donc une augmentation de l'ingéré azoté et de la quantité d'azote déposée par jour. Il en résulte enfin, puisque le gain de poids est du même ordre, que les sujets sont plus maigres. Ce résultat est retrouvé au niveau de l'épaisseur du tissu adipeux sous-cutané (24,5 mm au lieu de 27,5).

TABLEAU 6

Comparaison du maïs séché ou ensilé après avoir été récolté à maturité

	Séché	Ensilé
Matière sèche du grain (%)	93	65
Gain de poids journalier chez le porc (g)	529	529
Matière sèche ingérée (g/j)	1 450	1 520
Énergie digestible (kcal/kg MS)	3 978	3 790
Coefficient de digestibilité de l'azote (%)	87,1	87
Coefficient de rétention azotée (%)	53,4	54,3
Épaisseur du lard (mm)	27,5	24,5
Azote retenu (g/j)	18,2	19,2

Ces premiers résultats sont déjà très importants à une époque où le consommateur refuse les carcasses trop grasses. Ils sont également retrouvés chez la truie pour laquelle l'ingestion de maïs ensilé s'accompagne d'une amélioration notoire de l'efficacité azotée (le coefficient de rétention passe de 37,2 à 42,2 p. 100).

Un autre résultat est encore plus important. Il concerne l'effet du maïs sec ou humide sur l'état sanitaire des sujets. On sait que l'alimentation sèche se traduit par une fréquence importante d'ulcères à l'estomac qui disparaissent presque complètement lorsque l'on remplace le maïs sec par le maïs ensilé. Il en est de même des diarrhées. On retrouve vraisemblablement ici les effets favorables sur le transit intestinal et la facilité d'attaque des enzymes digestifs décrits chez les jeunes bovins lorsque le maïs est présenté sous forme humide.

Les maïs ensilés sans apport de substances particulières font souvent l'objet d'une contamination importante de micro-organismes. Par ailleurs, les ensilages d'autres céréales ne réussissent que si l'on oriente au départ la fermentation ou que l'on évite la prolifération de souches microbiennes pour les acides gras volatils. Une récente revue de ces adjuvants et de leurs propriétés a été publiée par WILCOX (1972). L'agent le plus souvent utilisé est l'acide propionique qui est incorporé à des doses directement proportionnelles au degré d'humidité du lot de grain (MILLER, 1971).

Aussi FÉVRIER, BOURDON et CHAMBOLLE (1972) ont-ils étudié les répercussions du traitement à l'acide propionique sur la valeur alimentaire du maïs chez le porc. Parmi les essais qu'ils ont effectués, nous ne rapporterons que ceux qui concernent

la distribution des échantillons de maïs comme seule source d'aliment, car ils sont les plus démonstratifs.

Après la récolte du maïs à 35 p. 100 d'humidité, 3 lots sont constitués. L'un est séché immédiatement à basse température, l'autre est ensilé après broyage, le troisième est conservé humide dans un silo sous film plastique après qu'on y ait ajouté 1,5 p. 100 d'acide propionique. Les premiers résultats du tableau 7 concernent la digestibilité et la rétention azotée de porcs nourris exclusivement des divers échantillons.

TABLEAU 7

Efficacité du maïs selon le mode de conservation

	Maïs sec	Maïs ensilé	Maïs ensilé + 1,5 p. 100 acide propionique
Énergie digestible (kcal/kg MS)	3 787	3 892	3 826
Coefficient de digestibilité de l'azote (%)	79,8	83,0	87,1
Coefficient de rétention azotée (%)	12,7	2,9	28,5
Gain de poids (g/j)	146	187	257

Dans un grain mûr, le fait d'être humide améliore considérablement l'efficacité azotée, l'avantage portant surtout sur la rétention azotée. La digestibilité de l'azote est un peu améliorée comme l'est également celle de l'énergie. Il en résulte bien entendu une élévation spectaculaire du gain de poids. Notons toutefois qu'à degré égal d'humidité la présence d'acide propionique à côté du maïs humide — qui se retrouve d'ailleurs en presque totalité à l'analyse — joue un rôle très favorable sur la rétention azotée et sur le gain de poids.

Lorsque les mêmes échantillons sont introduits dans un régime complet, les différences sont moins marquées puisque le régime contient davantage de protéines dont la valeur biologique est élevée. On note cependant, comme précédemment, une diminution considérable des cas d'ulcères gastriques lorsque le maïs est distribué humide, avec ou sans acide propionique.

Les mêmes auteurs observent également des effets avantageux du maïs ensilé à l'acide propionique chez la truie, non seulement sur le poids des porcelets à la naissance ou à 35 jours, mais encore sur la perte de poids de la truie pendant la lactation. En revanche, le maïs ensilé entraîne une réduction inexpliquée, hautement significative, du nombre des porcelets à la naissance.

Dans le même ordre d'idées, il faut rappeler les résultats positifs obtenus chez le porc par LAWRENCE (1971) avec une orge récoltée humide (21 p. 100 d'eau) et conservée avec 0,8 p. 100 d'acide propionique. La croissance de l'animal est améliorée, ainsi que l'efficacité de l'aliment. Mais il est surtout noté une diminution de l'état d'engraissement des sujets sans que l'on puisse attribuer cet effet à une amélioration de la digestibilité.

En fait, chez le taurillon et le porc, JONES, DONEFER et ELLIOT (1970) montrent que le traitement du maïs humide au moyen des acides gras volatils augmente la digestibilité des protéines alimentaires et peut-être favorise la synthèse protéique.

L'effet bénéfique chez le porc des céréales humides pourvues ou non de conservateurs mérite que l'on tente un essai d'interprétation.

L'amélioration de la croissance qui apparaît assez souvent n'est pas toujours associée à une augmentation de la quantité d'aliment consommée. Cette dernière ne s'observe que si la valeur énergétique de l'ensilage a diminué. En revanche on assiste régulièrement à une augmentation de la rétention azotée. En fait, on sait que l'humidification de la pâtée, c'est-à-dire la mise d'eau en présence des particules alimentaires, améliore l'utilisation des protéines par l'animal. Cet effet peut être la conséquence de l'amélioration de la solubilité des protéines sous l'effet de l'eau. Ceci a été montré nettement par REDMAN (1971) dans le cas des céréales ; il observe une extraction toujours accrue des fractions azotées solubles à chaque trempage des grains. Mais cela également peut être la conséquence de la mise en activité des enzymes du germe du grain sous l'effet de l'humidité. Les célèbres travaux de JENSEN *et al.* (1957) et de FRY *et al.* (1958) sur le trempage de l'orge ou sur l'adjonction d'enzymes amylolytiques et protéolytiques à cette céréale ont bien prouvé le bénéfice nutritionnel que cette dernière en retire.

Enfin, au cours de la conservation humide, rappelons le développement intense de la flore qui représente une quantité d'azote non négligeable. Les protéines de cette flore sont en général riches en lysine, acide aminé qui fait défaut dans les céréales et qui vient les complémenter utilement.

Dans un autre ordre d'idées, il ne faut pas sous-estimer le rôle de l'eau du bol alimentaire pour faciliter la pénétration des enzymes digestifs de l'animal au niveau des particules à dégrader. Ceci explique la meilleure digestibilité observée en général chez le maïs conservé humide mais aussi les avantages sur le transit digestif et sur la fréquence des diarrhées. Enfin, il convient de souligner que le grain humide maintient le bon état de la muqueuse de l'estomac et évite les ulcères qui sont assez fréquents lorsqu'on a recours à une alimentation déshydratée. Cette observation très importante explique l'état de bien-être des animaux et en fin de compte les bonnes performances zootechniques.

L'ensilage de céréales représente donc une solution satisfaisante qui permet d'obtenir des animaux plus maigres que ne le font les céréales séchées. C'est un procédé peu onéreux, à la portée des éleveurs qui sont aussi agriculteurs et qui récoltent leurs propres céréales. Il n'est concevable que pour les porcs et les bovins, car jusqu'à ce jour les résultats obtenus chez les volailles n'ont pas été encourageants.

Néanmoins, cette technique présente des inconvénients, puisque les risques de contaminations bactériennes ou fongiques demeurent et qu'il faut le plus souvent avoir recours à des conservateurs. Par ailleurs, la céréale humide est difficile à broyer, et n'est pas toujours facile à mélanger aux autres aliments pour constituer une ration complète. Cette dernière, en raison de l'humidité du grain, doit être préparée extemporanément et ne doit pas être conservée, ce qui restreint beaucoup son emploi, surtout dans un élevage industriel. Aussi convient-il de discuter un autre mode de conservation que représente le séchage artificiel.

II. — AVANTAGES ET INCONVÉNIENTS DES DIVERSES MODALITÉS DE DÉSHYDRATATION DU GRAIN

Le séchage à l'air ou avec l'aide de la chaleur a représenté le moyen de conservation le plus ancien. Si le séchage artificiel a pris une grande ampleur au cours des dernières années, en raison du mode de récolte à la moissonneuse-batteuse, le séchage du maïs à l'air et en épis est encore pratiqué dans les fermes. On a simplement perfectionné la technique en stockant les épis dans des cribbs sous une faible épaisseur pour faciliter le passage de l'air.

A. — *Séchage en cribbs.*

La comparaison de l'efficacité alimentaire des deux échantillons a été effectuée chez le poulet par CALET, GUILBOT et MOAL (1971). Le maïs de référence est un maïs séché artificiellement à basse température (80°C) ; il est ensuite stocké jusqu'au printemps suivant, époque où a lieu l'expérience. Le maïs constitue la seule source d'aliment du poulet avec un complément minéral et vitaminique. Voici les résultats, rassemblés dans le tableau 8.

TABLEAU 8

Valeur alimentaire du maïs séché en cribbs

	Cribbs	Séchage artificiel
Grains		
Matière sèche (%)	86,87	86,91
Protides (%)	9,70	9,34
Énergie métabolisable mesurée (kcal/kg)	3 046	3 261
Animaux		
Gain de poids (g)	46,7	42,3
Aliment consommé (g)	260,5	244,1
Indice de consommation	5,60	5,79
Énergie ingérée (kcal).....	754	757
Azote ingéré (g)	3,83	3,47

Le séchage en cribbs se traduit par une diminution de la valeur énergétique du grain mais sa teneur en azote est sensiblement accrue. Dans les deux cas, le poussin ingère le même nombre de calories, c'est-à-dire qu'il ingère plus de maïs séché en cribbs que de maïs séché artificiellement. Ce faisant, il consomme encore plus d'azote. C'est vraisemblablement la raison pour laquelle son gain de poids est plus élevé. Il ne s'ensuit pas cependant d'amélioration très substantielle de l'indice de consommation.

B. — *Modalités du séchage artificiel.*

Les traitements thermiques altèrent les protéines et abaissent la disponibilité de leurs acides aminés. Aussi fallait-il connaître les répercussions de la température et de la durée du séchage sur la valeur alimentaire du grain.

Par ailleurs il n'est pas facile de sécher les grains immédiatement après la récolte. Il s'écoule au moins le temps de transport entre le champ et le séchoir. Parfois même le grain doit attendre plusieurs heures, voire plusieurs jours, que le séchoir soit disponible puisque tous les grains d'une même région sont récoltés simultanément. Pendant cette attente, des modifications chimiques et enzymatiques ont lieu ; elles se traduisent par l'échauffement du tas qui nuit à la valeur alimentaire du grain. Aussi avons-nous étudié, en collaboration avec plusieurs laboratoires, les effets combinés des conditions d'attente — que nous avons appelées « préstockage » — et de la température du séchage. A partir d'un même lot de maïs égréné nous avons constitué 3 échantillons : l'un ne subit pas de préstockage car il est séché immédiatement, l'autre a subi un échauffement sans contrôle pendant 6 jours, enfin le troisième a été soumis pendant 45 jours à une ventilation d'air refroidi (7°C) qui évite l'échauffement. Chacun de ces 2 échantillons a été séché à la fin du préstockage à deux températures différentes : 80°C et 140°C (il s'agit de la température de l'air chaud mis en contact avec le grain).

Les résultats de ce travail ont été publié. Nous n'en extrayerons d'une manière simplifiée que les données permettant de caractériser les facteurs étudiés chez le Poulet et chez le Rat.

Les effets de la température sur le coefficient de digestibilité de l'azote, sur le coefficient d'utilisation pratique de l'azote et sur la lysine libre du muscle sont donnés dans le tableau 9.

TABLEAU 9

Efficacité alimentaire du maïs.
Effet de la température de séchage

	80°C	140°C
Coefficient d'utilisation digestive (Rat)	80,5	76,7
Coefficient d'utilisation pratique (Rat)	42,8	39,4
Lysine libre du muscle (Poulet) mg/100 g muscle/100 g aliment	8,17	5,97

D'après Aumaitre et Pain, 1971 et Larbier, Guillaume et Calet, 1971.

La lysine libre du muscle a été choisie comme critère d'évaluation de la disponibilité de cet acide aminé dans le maïs, puisque les travaux de Larbier, Guillaume et Blum (1971) montrent qu'il en est bien ainsi moyennant certaines précautions expérimentales.

Les résultats du tableau 9 soulignent l'effet néfaste des hautes températures aussi bien sur la digestibilité ou la rétention azotée que sur la disponibilité de la lysine. C'est cette dernière qui semble la plus affectée, comme l'ont montré également Godon et Petit (1971) par voie chimique.

Nos résultats sont en accord avec ceux d'Emerick, Carlson et Winterfeld (1961) qui montraient que la température n'était néfaste qu'au-dessus de 100°C.

Le tableau 10 fait état des répercussions des conditions de préstockage sur les mêmes critères que précédemment.

TABLEAU 10

Efficacité alimentaire du maïs.
Effet des conditions de préstockage

	Témoin	Échauffé	Ventilé
Coefficient d'utilisation digestive (Rat)	79,45	78,05	78,4
Coefficient d'utilisation pratique (Rat)	46,3	35,1	41,95
Lysine libre du muscle	8,2	6,1	6,86

D'après Aumaitre et Pain, 1971 et Larbier, Guillaume et Calet, 1971.

Toute attente est préjudiciable à l'efficacité azotée mais c'est surtout l'échauffement qui est nuisible.

Les caractéristiques analytiques que nous venons de révéler sur les échantillons de maïs au laboratoire se manifestent également sur les performances zootechniques des animaux.

Pour mieux faire apparaître ces effets, les divers échantillons de maïs ont été introduits soit dans des régimes pauvres en énergie (tabl. 11) soit légèrement carencés en lysine (tabl. 12).

TABLEAU 11

Effet des maïs introduits dans des régimes pauvres en énergie sur le gain de poids du poulet

°C	Témoin	Échauffé	Ventilé
80	314[a]	313[a]	321[c]
140	314[a]	306[b]	313[a]

Voici dans le tableau 11, d'après Moal et Calet (1971 *a*), les interactions qui existent entre conditions de préstockage et température de séchage du maïs au niveau du gain de poids.

TABLEAU 12

Efficacité du maïs dans un régime subcarencé en lysine

	(g)	80°C	140°C
Témoin	Gain de poids	299	285
	Ingéré	28,7	28,9
Échauffé	Gain de poids	293	281
	Ingéré	30,2	29,4
Ventilé	Gain de poids	293	302
	Ingéré	29,9	33,0

Lorsque le régime est pauvre en énergie, les effets des traitements sont peu marqués. On remarque seulement que le préstockage n'a d'influence que dans la mesure où la température de séchage est élevée et ceci est surtout net pour le maïs échauffé.

Lorsque le régime est subcarencé en lysine, les différences sont plus marquées, mais elles vont dans le même sens. C'est surtout la température élevée qui est nuisible, et principalement pour le maïs échauffé.

Curieusement le maïs ventilé et séché à 140°C permet une croissance améliorée. En fait il favorise la consommation alimentaire sans pour autant améliorer l'indice de consommation. On peut s'interroger sur les raisons de cet appétit soudain. Apparaît-il dans le grain demeuré humide une substance apéritive ou bien l'animal tente-t-il de compenser une carence en surconsommant ?

Apparemment, la diminution de la disponibilité des acides aminés du grain sous l'effet des conditions extrêmes du séchage artificiel semble demeurer une hypothèse très plausible. Nous avons tenté de le vérifier dans des conditions plus précises où les échantillons de maïs sont incorporés à raison de 80 p. 100 dans un régime pauvre en azote et très carencé en tryptophane et en vitamine PP (Calet et Tardif, 1960).

Après 48 heures d'attente, le maïs a perdu une partie de son efficacité, le gain de poids est abaissé bien que la consommation d'aliment soit égale.

Lorsque l'on ajoute du tryptophane au régime de base, on remédie aux défauts nutritionnels des différents maïs. A noter toutefois que la consommation des maïs qui ont attendu est toujours élevée (tabl. 13).

Une autre expérience non publiée a consisté à nourrir des poulets avec comme seul aliment le maïs ayant subi différents traitements (ventilé, échauffé sans contrôle ou maintenu sous CO_2 pour limiter l'échauffement). Les résultats apparaissent dans le tableau 14.

L'échauffement en tas et surtout le stockage sous CO_2 sont préjudiciable au

maïs. Toutefois, l'addition d'un mélange d'acides aminés constitué de lysine, méthionine, tryptophane, glycocolle, arginine et thréonine a remédié systématiquement aux carences induites par le traitement.

TABLEAU 13

Effet de la durée du préstockage sur la disponibilité du tryptophane du maïs
(Sujets de 4 semaines)

Tryptophane ajouté au régime		0	0,08 p. 100
Séché immédiatement	Gain de poids (g)	296	435
	Aliment consommé (g) ...	829	966
	Indice de consommation ..	2,80	2,22
Séché après 48 h d'attente	Gain de poids (g)	248	410
	Aliment consommé (g) ...	831	1 012
	Indice de consommation ..	3,35	2,47

TABLEAU 14

Mise en évidence de l'indisponibilité des acides aminés dans le maïs

	Gain de poids		
	Ventilé	Échauffé en tas	Échauffé sous contrôle (CO_2)
Maïs seul	44,6	33,6	23,7
Maïs + acides aminés (1)	71,8	77,5	71,6

(1) Lysine 0,3 p. 100, tryptophane 0,06 p. 100, méthionine 0,1 p. 100, glycocolle 0,1 p. 100, arginine 0,2 p. 100, thréonine 0,1 p. 100.

Enfin, les échantillons de maïs échauffés et ventilés de la première expérience ont été distribué à des poules pondeuses pendant 280 jours de ponte (Moal et Calet, 1971 *b*). Aucun effet remarquable n'a pu être noté en ce qui concerne le taux de ponte ou les caractéristiques de l'œuf. On a seulement noté que les maïs ventilés et échauffés provoquent une consommation élevée d'aliment. Elle est particulièrement excessive pour le maïs ventilé sans bénéfice ni pour la ponte ni pour la pondeuse (fig. 1).

Quelle est donc la (ou les) substance apéritive qui semble apparaître chaque fois que le grain a conservé son eau un certain temps après la récolte et qui se manifeste chez les volailles ? On s'en est rendu compte dans divers essais aussi bien lorsque le maïs est séché en cribbs ou qu'il s'est échauffé ou qu'il a été ventilé pour éviter l'échauffement. C'est encore un même phénomène que Moal (1972) constate lorsqu'il

distribue à des volailles du maïs séché en « deux passages ». Cela signifie que la teneur en eau du maïs à la récolte (35 p. 100) est abaissée en un premier chauffage court à 24-25 p. 100. Puis, après une durée variable qui peut aller jusqu'à 15 jours, on sèche définitivement jusqu'à 14 p. 100 d'humidité. Là encore, la consommation des sujets est légèrement accrue sans pour autant qu'il y ait amélioration des performances.

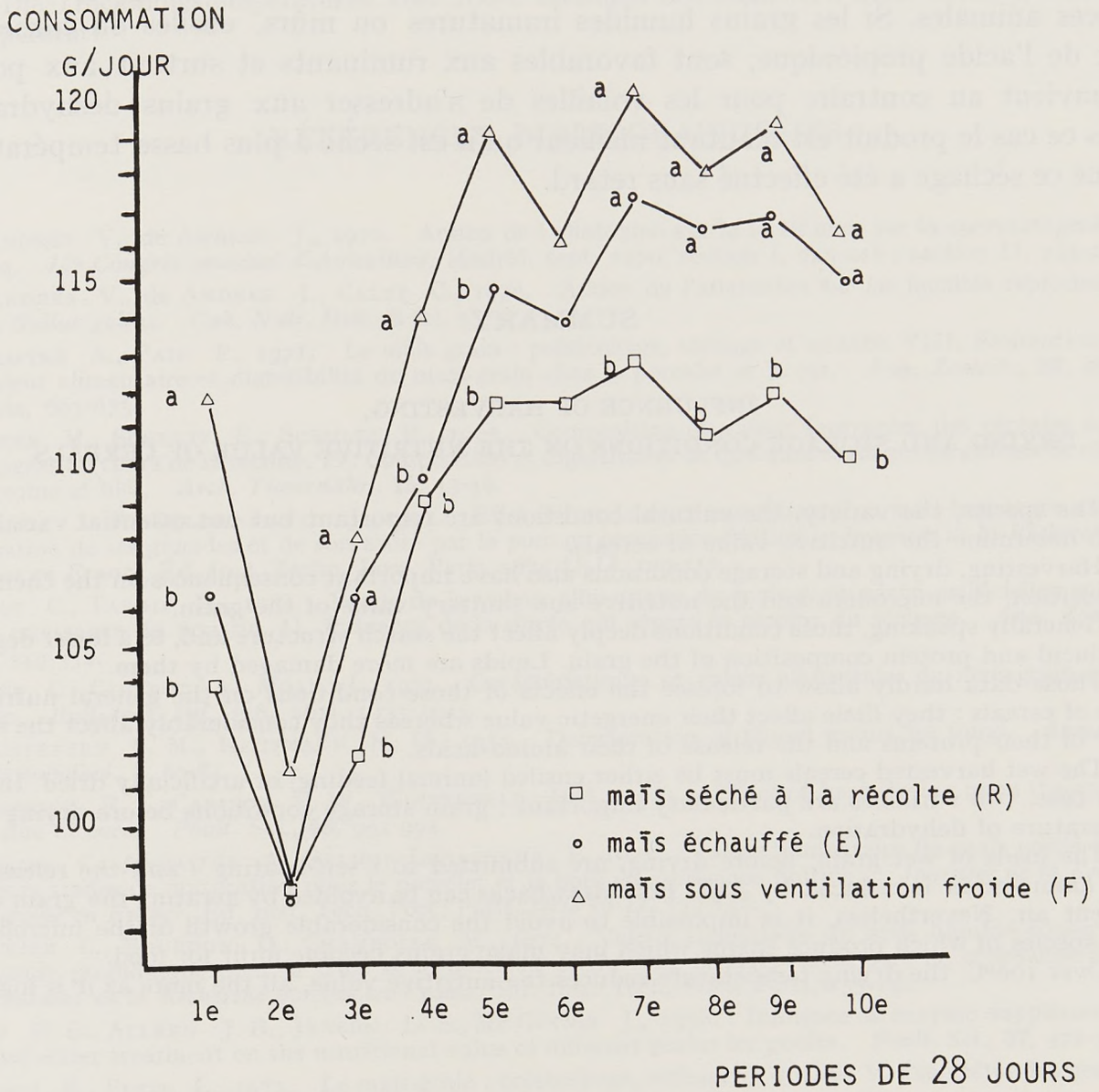


FIG. 1. — *Influence du mode de préstockage du maïs sur la consommation de la poule pondeuse*

Les travaux théoriques de THOMPSON (1970) permettent d'expliquer pourquoi le stockage des grains humides sous ventilation conduit à une perte d'élément nutritif déjà en raison de la respiration du grain. La détérioration du grain dépend du flux d'air de la ventilation, du taux d'humidité du grain et du temps de préstockage. On comprend dès lors la diminution de l'efficacité des grains ventilés, mais on ne s'explique pas pourquoi ils possèdent des vertus apéritives.

Pour expliquer ces propriétés, on ne peut pas invoquer des modifications de la structure de l'amidon ou des protéines (GODON et PETIT, 1971 ; TOLLIER et GUILBOT, 1971). On peut seulement remarquer que les glucides alcoolosolubles sont présents en très faible quantité dans les grains maintenus humides, comme s'ils avaient été utilisés pour assurer la respiration du grain ou le développement des micro-orga-

nismes. On peut penser également que l'effet apéritif est provoqué par une substance résultant du métabolisme de la microflore du grain qui en général est très importante surtout dans le lot ventilé. Mais ceci n'est qu'une hypothèse.

En conclusion, les procédés de conservation du grain, à l'état humide ou après dessication, ont des répercussions variées et parfois importantes sur l'efficacité alimentaire. Ces procédés ne sont pas également recommandables pour toutes les espèces animales. Si les grains humides immatures ou mûrs, ensilés ou conservés avec de l'acide propionique, sont favorables aux ruminants et surtout aux porcs, il convient au contraire pour les volailles de s'adresser aux grains déshydratés. Dans ce cas le produit est d'autant meilleur qu'il est séché à plus basse température et que ce séchage a été effectué sans retard.

SUMMARY

INFLUENCE OF HARVESTING, DRYING AND STORAGE CONDITIONS ON THE NUTRITIVE VALUE OF CEREALS

The species, the variety, the cultural conditions are important but not essential variables, which determine the nutritive value of cereals.

Harvesting, drying and storage conditions also have important consequences on the chemical composition, the microflora and the nutritive and sanitary value of the grain.

Generally speaking, those conditions deeply affect the starch structure and, to a lesser degree, the glucid and protein composition of the grain. Lipids are more damaged by them.

Those data hardly allow to foresee the effects of those conditions on the general nutritive value of cereals : they little affect their energetic value whereas they considerably affect the solubility of their proteins and the release of their amino-acids.

The wet harvested cereals must be either ensiled (animal feeding) or artificially dried. In the latter case, two variables are particulary important : grain storage conditions before drying and temperature of dehydration.

The loads of wet grain, before drying, are submitted to « self-heating » and the release of their amino-acids is reduced by half. Both drawbacks can be avoided by aerating the grain with ambient air. Nevertheless, it is impossible to avoid the considerable growth of the microflora, some species of which produce toxins which may make grains become unfit for food.

Over 100°C, the drying temperature reduces the nutritive value, all the more as it is higher.

ZUSAMMENFASSUNG

EINFLUSS DER ERNTE-, TROCKNUNGS- UND LAGERBEDINGUNGEN AUF DEN GETREIDENÄHRWERT

Die Art, die Sorte und die Anbaubedingungen sind wichtige, wenn auch nicht wesentliche, Faktoren die den Getreidenährwert bestimmen.

Die Ernte-, Trocknungs- und Lagerbedingungen haben wichtige Bedeutungen für de chemische Zusammensetzung des Korns, für die Verteilung der existierenden Flora und für seinen Hygiene- und Nährwert.

Im Allgemeinen beeinflussen diese Bedingungen sehr weitgehend ide Struktur der Stärke und etwas weniger, die Kohlenhydrat- und die Eiweisszusammensetzung der Körner. Die Fette werden davon mehr beeinflusst. Mit Hilfe dieser Angaben können die Folgen der aufgeführten Bedingungen auf den Gesamtnährwert des Getreide nicht vorausgesagt werden : sie beeinflussen den Energiewert sehr wenig, haben aber iene Wirkung auf die Lösligkeit der Proteine und auf die Verfügbarkeit der Aminsäuren.

Die feucht geernteten Körner müssen also entweder siliert (Wiederkäuerfutter) oder getrocknet werden. In dem letzten Falle sind zwei Faktoren massgebend : die Lagerbedingungen vor der Trocknung und die Trocknungstemperatur.

Der auf die Trocknung wartende feuchte Körnerhaufen ist die Quelle der « Erhitzung » und einer Verminderung auf die Hälfte der Verfügbarkeit der Aminsäuren. Diese Unannehmlichkeiten können durch eine gute Belüftung vermieden werden. Man kann jedoch die Entwicklung einer bestimmten Giftflora nicht ganz unterdrücken, welche das Getreide ungeniessbar machen kann.

Die Trocknungstemperaturen über 100°C zerstören den Nährwert, desto mehr je höher die Temperatur.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

de Andres V., de Andres J., 1970. Action de l'aflatoxine sur la fertilité et sur la spermatogenèse du coq. *15e Congrès mondial d'Aviculture*, Madrid, sept. 1970, section I, 215-218 ; section II, 233-237.

de Andres V., de Andres J., Calet C., 1970. Action de l'aflatoxine sur les facultés reproductrices de *Gallus gallus*. *Cah. Nutr. Diét.*, **8** (2), 55-57.

Aumaitre A., Pain P., 1971. Le maïs grain : préstockage, séchage et qualité. VIII. Estimation de la valeur alimentaire et digestibilité du maïs-grain chez le porcelet et le rat. *Ann. Zootech.*, **20**, n° hors série, 663-673.

Becker M., Schultz E., Schultz R., 1965. Composition et valeur fourragère des céréales endommagées au cours de la récolte. IV. Composition et digestibilité de quelques ensilages de graines de céréales (avoine et blé). *Arch. Tierernähr.*, **15**, 53-58.

Borgida L. P., Delort-Laval J., 1971. Effet du mode de conservation d'un maïs immature sur l'utilisation de ses glucides et de son azote par le porc en croissance-finition. *Journées de la Recherche porcine en France*, Éd. Inst. Techn. Porc, Paris, *série 11-11*, 149-152.

Calet C., Tardif H., 1960. Étude de la valeur alimentaire du maïs-grain séché artificiellement pour la croissance du poussin. II. Influence de la durée qui sépare la récolte du séchage. *Ann. Zootechn.*, **9**, 349-354.

Calet C., Guilbot A., Moal J., 1971. Caractéristiques et valeur alimentaire du maïs-grain à l'état sec. *Bull. tech. Inf.*, (264-265), 1033-1045.

Christensen C. M., Kaufmann H. H., 1955. Deterioration of stored grains by fungi. *Annu. Rev. Phytopathol.*, **3**, 69-84.

Emmerick R. J., Carlson C. W., Winterfeld H. L., 1961. Effect of heat drying upon the nutritive value of corn. *Poult. Sci.*, **40**, 991-994.

Fevrier C., Aumaitre A., Salmon-Legagneur E. 1971. Valeur alimentaire du maïs ensilé à différents stades de maturation pour le porcelet et le porc en croissance-finition. *Journées de la Recherche porcine en France*, Éd. Inst. Tech. Porc, Paris, *série 10-11*, 137-148.

Fevrier C., Bourdon D., Chambolle M., 1972. Valeur alimentaire du maïs humide conservé par l'acide propionique pour la truie et le porcelet, et du maïs ensilé pour le porc en croissance-finition. *Journées de la Recherche porcine en France*, Éd. Inst. Tech. Porc, Paris, 135-142.

Fry R. E., Allred J. B., Jensen L. S., Mc Ginnis J., 1958. Influence of enzyme supplementation and water treatment on the nutritional value of different grains for poults. *Poult. Sci.*, **37**, 372-375.

Godon B., Petit L., 1971. Le maïs-grain : préstockage, séchage et qualité. V. Propriétés des protéines. *Ann. Zootech.*, **20**, n° hors série, 641-645.

Jensen L. S., Fry R. E., Allred J. B., Mc Ginnits J., 1957. Improvement in the nutritional value of barley for chicks by enzyme supplementation. *Poult. Sci.*, **36**, 919-921.

Jones G. M., Donefer E., Elliot J. I., 1970. Feeding value for dairy cattle and pigs of high moisture corn preserved with propionic acid. *Can. J. anim. Sci.*, **50**, 483-489.

Jones G. M., 1971. Utilization of volatile fatty acids in high moisture grain preservation and dairy cattle rations. *McGill University, Ste Anne Bellevue, Quebec, Res. Bull.*, (1).

Krall J. L., 1972. High moisture barley. Harvest, storing, feeding. *Montana AES, Bull.* (625), 45 p.

Larbier M., Guillaume J., Blum J. C., 1971. Muscle levels of free lysine and methionine in chicks fed a single daily meal. *Nutr. Rep. Int.*, **3**, 273-276.

Larbier M., Guillaume J., Calet C., 1971. Le maïs-grain : préstockage, séchage et qualité. VII. Mesure de la lysine libre du muscle chez le poulet. *Ann. Zootech.*, **20**, n° hors série, 653-663.

Lawrence T. L. J., 1971. Rolled barley for the bacon pig : some effects on performance of grain moisture content and feeding method. *J. Sci. Food.*, **22**, 407-412.

McCaffree J. B., Merrill W. G., 1968. High moisture corn for dairy cows in early lactation. *J. Dairy Sci.*, **51**, 553-560.

McCaffree J. D., Merrill W. G., Smith N. E., 1972. Concentrates mixtures based on high moisture ear corn versus multi-ingredients for dairy cows in early lactation. *J. Dairy Sci.*, **55**, 269-272.

MERRILL W. G., 1972. High moisture corn equals dry corn in feeding value. *Hoard's Dairyman.*, **117**, 651.

MILLER J. L., 1971. Organic acid preservation of high moisture corn. *Feedstuffs*, **43** (25), 20.

MOAL J., CALET C., 1971 *a*. Le maïs-grain : préstockage, séchage et qualité. IX. Valeur alimentaire chez le poulet dans diverses conditions nutritionnelles. *Ann. Zootech.*, **20**, n° hors série, 673-683.

MOAL J., CALET C., 1971 *b*. Le maïs-grain : préstockage, séchage et qualité. XI. Valeur alimentaire chez la poule pondeuse. *Ann. Zootech.*, **20**, n° hors série, 691-697.

MOAL J., 1972. La valeur nutritionnelle de certains maïs jugée par les volailles. *Journées d'Information I. T. C. F.* : « *Le maïs-grain : récolte, réception, séchage, conservation, qualité.* » Janv. 1972, 85-92. A. G. P. M I. T. C. F. Paris.

MOREAU C., 1968. Moisissures toxiques dans l'alimentation. *Encyclopédie mycologique*, **35**. P. Le Chevalier. Paris.

MULTON J.-L., POISSON J., GUILBOT A., 1969. Les altérations du grain de blé après la récolte. *Bull. tech. Inf.*, (244), 853-870.

POISSON J., GUILBOT A., 1963. Conditions de stockage et durée de la conservation des grains. *Meun. fr.*, (163), 19-29.

REDMAN D. G., 1971. Softening of gluten by wheat proteases. *J. sci. Food. Agric.*, **22**, 75-79.

THOMAS J. M., JENSEN L. S., MCGINNIS J., 1961. Interference with the nutritional improvement of water-treated barley by antibiotics. *Poult. Sci.*, **40**, 1204-1214.

THOMKE S., 1972. On the influence of different stages of ripeness on the productive value of barley fed to chickens, laying hens, rats and mice. *Acta Agric. scand.*, **22**, 107-120.

THOMPSON T. L., 1970. Temporary storage of high moisture shelled corn using continuous aeration. *Meeting amer. Soc. agric. Engineers*, Chicago 1970, (70-829). 19 p.

TOLLIER M.-T., GUILBOT A., 1971. Le maïs-grain : préstockage, séchage et qualité. IV. Caractéristiques de la fraction glucidique des échantillons de maïs-grain. *Ann. Zootech.*, **20**, n° hors série, 633-641.

WILCOX R. A., 1972. Grain preservatives. *Feedstuffs.*, **44**, 39.

ZELENY L., 1935. The distribution of nitrogen in the seed of *Zea Mays* at different stages of maturity. *Cereal Chem.*, **12**, 536-542.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (4), 807-822.

RÉPERCUSSION DES CONDITIONS DE SÉCHAGE ET DE STOCKAGE DU MAÏS SUR SA QUALITÉ EN INDUSTRIE AMIDONNIÈRE

J.-C. LASSERAN et Y. BEAUX

Institut technique des Céréales et Fourrages,
Station expérimentale,
91920 Boigneville (France)

RÉSUMÉ

L'industrie amidonnière traite des quantités de maïs de plus en plus importantes en raison de la demande accrue en produits dérivés. Les besoins sont de l'ordre de 3 millions de tonnes dans la C. E. E. (neuf pays) et de 6 millions de tonnes aux U. S. A.

Les critères de qualité en amidonnerie sont les suivants : rendement en amidon extractible industriellement, taux de recouvrement, caractéristiques physiques et rhéologiques de l'amidon, et plus généralement aptitude du maïs à libérer facilement et complètement ses différents constituants. La meilleure matière première serait un maïs bien mûr, séché naturellement, à haut pouvoir germinatif et sans brisures. L'utilisation accrue de la moissonneuse-batteuse et du séchoir à air chaud dans les pays développés pose un double problème :

1° définir des conditions de traitement qui n'altèrent pas la valeur intrinsèque du grain ;

2° rechercher de nouveaux critères de qualité qui tiennent compte de l'évolution des techniques agricoles.

Un programme expérimental a été mis en place depuis 1968. La méthode de référence est un dipositif de laboratoire qui reproduit le procédé industriel. Les principaux résultats acquis à ce jour sont les suivants.

Les conditions de préstockage avant séchage influent sur la qualité : les échauffements spontanés ou consécutifs à une mauvaise ventilation, ou encore une ventilation bien adaptée, mais de trop longue durée (plus de 3 semaines) ont un effet dépressif sur le rendement en amidon et ses caractéristiques rhéologiques.

La température de séchage, dans le cas du séchage en un seul passage, influe de façon progressive et dépressive à partir de 90°C.

Les agréages commerciaux classiques sont insuffisants pour apprécier l'aptitude à l'amidonnerie ; ils doivent être complétés par des tests physico-chimiques. Le test de solubilité des protéines dans l'alcool, ou le test de turbidité des protéines thermosensibles non dénaturées, caractérisent assez bien l'intensité du choc thermique subi par le grain au séchage.

I. — INTRODUCTION

L'industrie amidonnière de maïs date de 1842, époque à laquelle le premier procédé d'extraction de l'amidon fut mis au point par un Américain nommé KINGSFORD. Toutefois, cette industrie ne connut un réel essor que beaucoup plus tard, aux États-Unis d'abord, puis dans la zone nord de l'Europe Occidentale.

C'est ainsi que le maïs est devenu une matière première industrielle importante, grâce à sa richesse en amidon d'excellente qualité, et en raison du développement rapide, dans les pays technologiquement avancés, des industries alimentaires pour l'homme et les animaux. Ces industries utilisent soit directement l'amidon de maïs, soit ses produits de transformation (amidons dérivés, dextrines, glucose, etc.) : ce sont les brasseries, les fabriques de plats cuisinés, potages, confitures, crèmes glacées, confiseries, et les industries d'aliments pour le bétail ; d'autres industries alimentaires ou biologiques utilisent les sous-produits de l'amidonnerie : extrait sec de trempage, gluten, tourteau de germes en alimentation animale, matière grasse des germes en huilerie, concentré de trempage pour les industries d'antibiotiques, etc. Enfin, des industries diverses non alimentaires sont, aussi, grosses consommatrices d'amidon : chimie, métallurgie, colles, papiers, etc.

Les quantités de maïs écrasé quotidiennement dans une amidonnerie sont souvent importantes, de l'ordre de 500 à 1 500 tonnes par jour. Il existe deux usines en France transformant 0,7 millions de tonnes par an, quatorze dans la C. E. E. (neuf pays) absorbant environ 3 millions de tonnes ; aux États-Unis, on dénombre quatorze sociétés et soixante usines traitant près de 6 millions de tonnes de maïs.

II. — STRUCTURE ET COMPOSITION DU GRAIN DE MAÏS

Le grain mûr (fig. 1) comprend quatre parties principales :

— le péricarpe ou enveloppe cellulosique extérieure, ou « son » ;
— le germe ou embryon ;

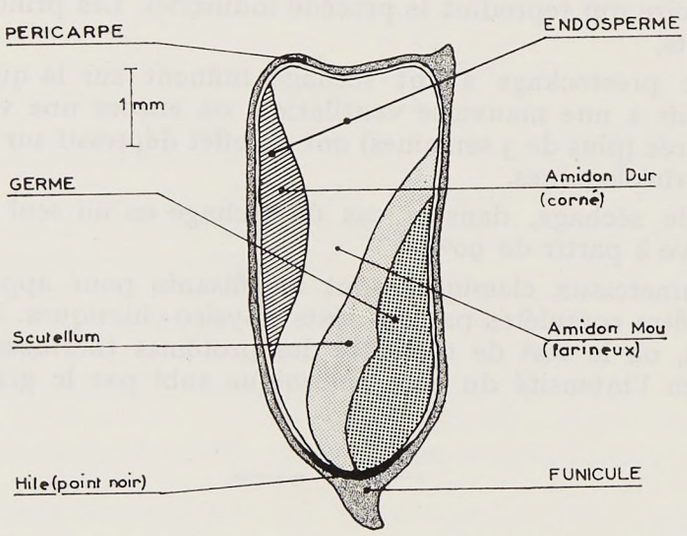


FIG. 1. — *Coupe schématique d'un grain de maïs*

— l'endosperme composé d'amidon farineux et d'amidon corné ;
— le funicule ou reste des tissus de liaison entre le grain et l'épi.

La composition biochimique moyenne de ces fractions est présentée dans le tableau I (pourcentages rapportés à la substance sèche de chaque fraction, INGLETT, 1970).

L'amidon est concentré dans l'endosperme, les autres constituants (protéines, lipides, sucres libres et cendres) dans le germe. La cellulose, qui n'est pas mentionnée au tableau I, est le composant majeur de l'enveloppe et du funicule.

TABLEAU I

Composition biochimique moyenne des différentes fractions du grain de maïs

Fraction		Amidon p. 100	Protéïnes p. 100	Lipides p. 100	Sucres libres p. 100	Cendres p. 100
Nature	Proportion					
Grain entier	100	71,5	10,3	4,8	2,0	1,4
Endosperme	82,3	86,4	9,4	0,8	0,6	0,3
Germe	11,5	8,2	18,8	34,5	10,8	10,1
Enveloppe	5,3	7,3	3,7	1,0	0,3	0,8
Funicule	0,8	5,3	9,1	3,8	1,6	1,6

III. — LES DIFFÉRENTES PHASES DE TRAITEMENT EN INDUSTRIE AMIDONNIÈRE

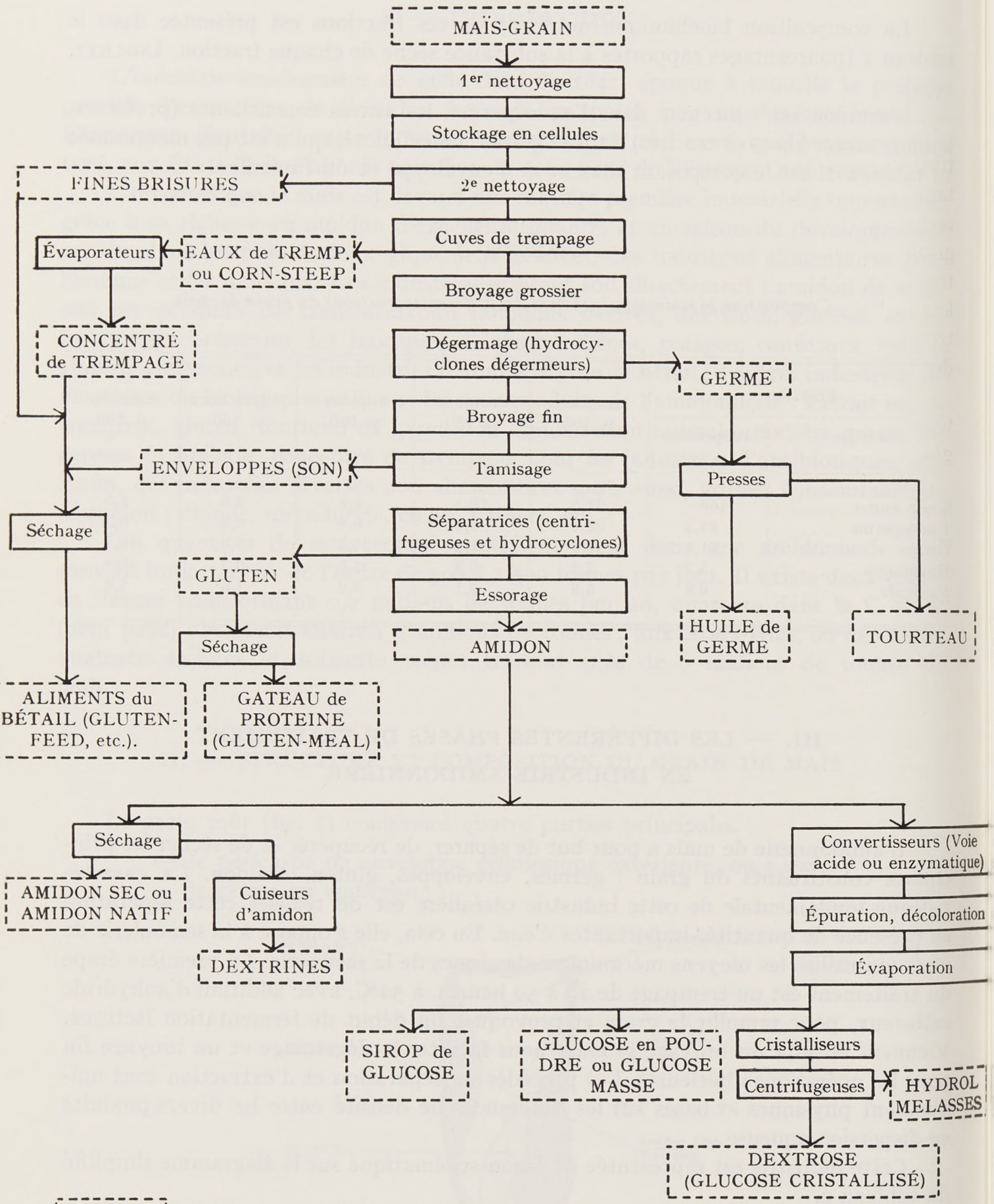
L'amidonnerie de maïs a pour but de séparer, de récupérer et de sécher les principaux constituants du grain : germes, enveloppes, gluten, amidon. La caractéristique fondamentale de cette industrie céréalière est de réaliser cette séparation en présence de quantités importantes d'eau. En cela, elle s'oppose à la semoulerie de maïs qui utilise les moyens mécaniques classiques de la meunerie. La première étape du traitement est un trempage de 28 à 50 heures, à 52°C, avec addition d'anhydride sulfureux, pour ramollir le grain et provoquer un début de fermentation lactique. Viennent ensuite un broyage grossier pour faciliter le dégermage et un broyage fin pour les opérations ultérieures. Les procédés de séparation et d'extraction sont uniquement physiques et basés sur les différences de densité entre les divers produits en dispersion aqueuse.

Cette industrie est représentée de façon schématique sur le diagramme simplifié du tableau 2.

Les produits finaux de l'amidonnerie sont donc : l'amidon, le mélange déshydraté des solubles de trempage, des enveloppes et parfois des fines brisures, le gâteau de protéines ou gluten, l'huile et le tourteau de germes.

TABLEAU 2

Diagramme simplifié d'une amidonnerie-glucoserie



IV. — LA QUALITÉ DU MAÏS EN INDUSTRIE AMIDONNIÈRE ET L'ÉVOLUTION DES TECHNIQUES AGRICOLES

En amidonnerie, les critères de qualité du maïs sont d'abord des critères quantitatifs d'extractibilité, exprimés par le rendement industriel en amidon (pourcentage d'amidon extrait par rapport au poids de matière sèche traité) et le taux de recouvrement (pourcentage d'amidon extrait par rapport à la teneur en amidon du grain) ; le rendement en amidon est généralement compris entre 65 et 72 p. 100, le taux de recouvrement entre 85 et 95 p. 100. Viennent ensuite des critères technologiques concernant le comportement du grain à l'« usinage » : durée convenable de trempage, efficacité du broyage et du dégermage, et surtout facilité de séparation des fractions amidon-gluten.

Enfin, il s'agit de critères de qualité propres à chacune des fractions obtenues : teneur en solubles des eaux de trempage, pureté et viscosité de l'amidon, acidité grasse de l'huile de germes, etc.

Jusqu'à ces dernières années, le produit réputé le meilleur en amidonnerie était le maïs bien mûr récolté à la main ou mécaniquement en épis, séché naturellement, en cribs ou sur une aire de ventilation, à haut pouvoir germinatif, homogène en calibre et en dureté, et comportant un faible pourcentage de grains cassés ou même clivés. Le maïs produit, récolté et séché, dans des conditions « artisanales » c'est-à-dire, pour des exploitations agricoles dans lesquelles la part de main-d'œuvre est importante, répond assez bien à ces exigences. Mais la généralisation de la récolte directe en grains, dans les pays céréaliers à agriculture moderne, au moyen de moissonneuses-batteuses ou de cueilleurs-égreneurs de maïs (75 à 80 p. 100 de récolte directe en grain en France, par exemple), a entraîné un développement considérable des équipements pour le séchage artificiel par air chaud, soit à la ferme, soit dans des centres collectifs de séchage de statut privé ou coopératif.

Cette évolution irréversible des techniques agricoles vers ce qu'il est convenu d'appeler une « industrialisation » de la chaîne récolte-conservation a provoqué, de la part des amidonniers, une réaction de méfiance à l'égard de ces nouvelles méthodes, en raison de nombreux déboires provoqués par des lots de maïs de mauvaise qualité ; il s'agissait vraisemblablement de maïs ayant subi des échauffements ou des fermentations entre la récolte et le séchage, ou séchés dans des conditions trop brutales du point de vue thermique, peut-être dans des séchoirs mal adaptés pour cet usage ultérieur du grain, ou encore mal conservés au stockage.

Averti de ces problèmes, notre Institut, en collaboration étroite avec d'autres centres de recherche et les industriels, a entrepris une action en vue de déterminer les causes réelles de baisse de qualité, de façon à définir les techniques et méthodes de traitement qui n'altèrent pas la valeur amidonnière intrinsèque du maïs, et à rechercher de nouveaux critères d'appréciation de la qualité, si possible par des tests rapides, afin de permettre aux industriels de trouver sur le marché les lots de grain qui leur conviennent, puisqu'il s'avérait que les analyses classiques de type commercial étaient souvent insuffisantes.

Nous présentons dans cette communication les principaux résultats obtenus sur

ce sujet après les trois premières années de travail (SAINT-LEBE, 1971 ; LASSERAN, BEAUX, ESPAIGNET, 1972).

On a utilisé comme méthode de référence pour la détermination du rendement industriel en amidon et du taux de recouvrement un dispositif expérimental et une méthode d'extraction, mis au point par le service Radio-Agronomie du Centre d'Études nucléaires de Cadarache, et décrits dans la littérature (SAINT-LEBE, 1965). Cette amidonnerie miniature permet d'obtenir à partir d'un échantillon de 200 grammes, bien représentatif, un rendement en amidon comparable à celui obtenu dans l'industrie. La précision des résultats est de 0,4 point sur ce rendement.

V. — RÉSULTATS DES ESSAIS

A. — *Expérience 1*

1. *Thème de l'essai.*

Trois traitements de préstockage (tabl. 3) étaient combinés factoriellement avec 3 températures de séchage (ambiante, 80°C et 140°C), ces deux dernières étant considérées comme les extrêmes de la fourchette pratique.

TABLEAU 3

Influence du traitement avant séchage et de la température de séchage sur le rendement industriel net en amidon, le taux de recouvrement, la teneur en sucres et protéines alcoolosolubles

Échantillons		Teneur en amidon (p. 100 MS)	Rendement industriel net en amidon (p. 100 MS)	Taux de recouvrement (p. 100 d'amidon extrait/amidon total)	Sucres alcoolo-solubles (p. 100 MS)	Protéines alcoolo-solubles (p. 100 prot.)
Mode de préstockage	Température de séchage (°C)					
R (1)	ambiante	70,8	67,8	95,7	1,75	24,4
E (2)	ambiante	68,6	63,5	92,5	4,12	24,5
F (3)	ambiante	70,9	65,8	92,9	—	25,2
R	80	71,1	68,0	95,6	1,75	22,3
E	80	70,0	64,4	92,2	4,22	23,3
F	80	72,0	65,2	90,6	1,41	17,9
R	140	70,0	56,3	80,5	1,69	11,0
E	140	70,1	54,2	77,2	4,50	9,2
F	140	70,3	60,7	86,4	1,38	10,1

(1) R : séché aussitôt après récolte.
(2) E : échauffé en cellule 6 jours avant séchage.
(3) F : conservé 45 jours sous ventilation d'air froid (maximum 7°C) avant séchage.

2. *Matériel et méthode.*

— maïs : variété *INRA 258*, teneur en eau à la récolte 32 p. 100 ;
— machine de récolte : cueilleur-égreneur à 2 rangs ;

— séchage : en un seul passage (séchage direct de 32 à 15 p. 100 de teneur en eau) dans un séchoir continu à colonnes à courants perpendiculaires, de type fermier.

3. *Résultats obtenus* (tabl. 3 et 4).

Effet préstockage.

Un échauffement naturel (échantillon E-ambiante) provoque une dégradation importante de la valeur amidonnière du maïs : baisse de l'ordre de 4,5 points sur le rendement, et de 3 points sur le taux de recouvrement par rapport au témoin R-ambiante.

TABLEAU 4

Analyse commerciale des échantillons de maïs après séchage

Échantillons		Grains endommagés				Valeur commerciale	
Mode de préstockage	Température de séchage (°C)	Avariés (p. 100)	Chauffés (p. 100)	Germés (p. 100)	Totaux (p. 100)	Décret de campagne (1)	Note (0 à 5) (2)
R	ambiante	0,45	0	0	0,45	SR	5
R	80	0	0	0	0	SR	5
E	80	6,65	0	11,90	18,55	NSLM	2
F	80	13,80	0	0	13,80	NSLM	3
R	140	0	11,70	0	11,70	NSLM	3
E	140	9,00	21,00	12,00	42,00	NSLM	1
F	140	13,40	5,50	0	18,80	NSLM	3

(1) Décret de campagne (ONIC, 1968) :
SR : Sans réfaction.
NSLM : Non sain, loyal et marchand.
(2) Note de 0 à 5 : note subjective sur l'aspect général de l'échantillon.

L'effet « échauffement » est parfaitement mis en évidence par l'augmentation de la teneur en sucres alcoolosubles du maïs (LOEWUS, 1952 ; TOLLIER, 1965 et 1971) en raison de la production d'oligosides à partir de l'amidon par l'action des enzymes des grains et des micro-organismes. Ce dosage pourrait servir de test pour détecter des maïs ayant subi un échauffement ou un début d'échauffement.

Une conservation de maïs humide, pendant 45 jours, par une ventilation d'air froid avec un débit spécifique élevé, provoque une baisse de valeur technologique de 2 points sur le rendement en amidon, de l'ordre de 3 points sur le taux de recouvrement. L'effet « ventilation froide » est peut-être mis en évidence par une légère baisse de la teneur en sucres alcoolosolubles : légère consommation d'oligosides et de monosaccharides pour l'entretien de la respiration du grain et des micro-organismes aérobies.

Effet température.

Le séchage à 80°C, en un seul passage, est sans influence sur les caractéristiques technologiques du maïs, quels que soient, par ailleurs, les effets des traitements avant séchage. L'échantillon R-80 ne se différencie pas du témoin (R - ambiante).

Par contre, le séchage à 140°C, en un seul passage, a un effet considérable sur la qualité amidonnière : 11,6 points de baisse sur le rendement, 15 points sur le taux de recouvrement. L'effet d'un séchage à température excessive est parfaitement mis en évidence par le dosage des protéines alcoolosolubles (prolamine ou zéine) (Busson, 1966 ; Godon, 1971) : le choc thermique est responsable de la dénaturation physique des protéines du maïs rendues ainsi partiellement insolubles dans l'alcool. Cet effet sera étudié avec précision pour la mise au point de 2 tests rapides (expérience III).

Enfin, l'effet dépressif le plus important est obtenu pour l'intéraction échauffement-température de séchage élevée (échantillon E-140) : 13,6 points sur le rendement, 18,5 sur le taux de recouvrement.

Remarques :

1° Des analyses de type commercial effectuées sur les échantillons de l'expérience 1 (tabl. 3) ont montré que les résultats obtenus étaient en concordance avec les essais technologiques, puisque seul l'échantillon R-80 était « sain, loyal et marchand ».

2° Une étude des propriétés rhéologiques de l'amidon extrait a montré que tous les traitements avaient une action plus ou moins marquée sur la viscosité : baisse de 10 p. 100 pour les traitements E et F, de 20 p. 100 pour le séchage à 80°C, et de 50 p. 100 pour le séchage à 150°C.

B. — *Expérience 2*

1. *Thème de l'essai.*

On a expérimenté 2 modes de séchage (1 et 2 passages) + 1 échauffement (voir conditions expérimentales au bas du tableau 4), associé à 2 humidités finales (17-18 p. 100 et 13-14 p. 100) et combiné avec 2 périodes d'utilisation (après traitement de séchage et après 8 mois de stockage).

2. *Matériel et méthode.*

— maïs : variété *INRA 258*, teneur en eau à la récolte, 32 p. 100 ;
— machine de récolte : idem expérience 1 ;
— séchage : identique à l'expérience 1, température unique de séchage, 80°C.

3. *Résultats obtenus* (tabl. 5).

Effet humidité finale.

Le niveau d'humidité finale (surséchage ou sous-séchage par rapport à la norme commerciale européenne 15-15,5 p. 100) est sans effet sur le rendement en amidon.

Effet échauffement.

L'échauffement de cet essai, résultant d'une mauvaise ventilation (débit d'air insuffisant) pendant une période de 15 jours, a un effet dépressif de l'ordre de 1 à 2 points sur le rendement.

TABLEAU 5

Influence du traitement avant séchage, de l'humidité finale et du temps de conservation sur les rendements nets en amidon

Humidité finale (p. 100)		13-14			17-18		
Traitement avant séchage		Récolte (1)	Échauffé (2)	Séchage en 2 passages (3)	Récolte (1)	Échauffé (2)	Séchage en 2 passages (3)
Rendements nets en amidon (p. 100 MS)	Après séchage définitif	66,6	64,8	65,6	65,8	63,5	65,8
	Après 8 mois de conservation (4)	65,2	64,6	65,2	66,7	63,4	65,4

(1) Séché aussitôt après récolte.

(2) Échauffé à la suite d'une ventilation insuffisante en cellule (n = 15 m³/h par m³) et d'une durée de 15 jours.

(3) Séché en 2 passages avec une conservation intermédiaire de 30 jours par ventilation d'air froid (< 7°C).

1er passage : 32 à 25 p. 100 d'humidité. Ventilation : 25 à 22 p. 100 d'humidité.

2e passage : 22 à l'humidité finale (13-14 p. 100 ou 17-18 p. 100).

(4) Conservation en cellule 8 mois sans ventilation.

Effet de stockage.

Une conservation de 8 mois en cellules est sans effet sur la qualité technologique du maïs, quelle que soit l'humidité finale.

C. — *Expérience 3*

1. *Théme de l'essai.*

On a étudié l'influence du seul facteur température de séchage, en réalisant une série de séchages à des températures croissantes de 40 à 150°C par paliers de 10°C. Sur les échantillons obtenus, on détermine le rendement industriel en amidon ; parallèlement on étudie deux tests rapides basés sur la solubilité des protéines dont la réponse est fonction de la température de séchage, et on effectue des analyses de type commercial (les grains endommagés étant ici seulement les grains chauffés).

2. *Matériel et méthode.*

— maïs : variété *INRA 258*, teneur en eau à la récolte, 32 p. 100 ;

— machine de récolte : idem expérience 1 et 2 ;

— séchage : immédiat après récolte, en un seul passage dans un séchoir statique expérimental ; débit spécifique : 3 700 m³/h par m³ de grain, épaisseur de la couche de grain : 20 cm (conditions analogues à celles d'un séchoir continu à colonnes) ; humidité finale après séchage : 16-17 p. 100.

TABLEAU 6

Évolution comparée du rendement industriel net en amidon et de la réponse de deux tests physico-chimiques, en fonction de la température de séchage du maïs

Température de séchage (°C)	Températ. ambiante (témoin)	40	50	60	70	80	90	100	110	120	130	140	150
Rendement net en amidon (p. 100 MS)	66,5	66,5	67,0	68,1	67,6	67,3	67,1	64,9	63,2	63,4	61,4	62,4	58,7
Test de solubilité des protéines dans l'alcool (p. 100 des protéines tot.)	16,1	15,9	17,0	15,4	15,6	14,1	13,2	12,3	11,3	10,7	8,9	8,8	6,6
Test de turbidité (absorbance (1))	0,65	0,55	0,48	0,33	0,25	0,11	0,07	0,03	0,03	0,01	0,02	0,02	0,02

(1) Absorbance mesurée sur la fraction thermosensible des protéines non dénaturées.

TABLEAU 7

Évolution comparée du rendement industriel net en amidon et des analyses de type commercial, en fonction de la température de séchage du maïs

Température de séchage (°C)	Températ. ambiante (témoin)	40	50	60	70	80	90	100	110	120	130	140	150
Rendement net en amidon (p. 100 MS)	66,5	66,5	67,0	68,1	67,6	67,3	67,1	64,9	63,2	63,4	61,4	62,4	58,7
Pourcentage de grains chauffés	0	0	0	0,15	0,25	0	0	0,75	0,85	3,80	9,50	6,60	44,0
Valeur commerciale (1)	SR	SR	SR	SR	SR	SR	SR	SR	SR	Réfaction de 1,23 F/q	NAI	NAI	NAI

(1) SR : sans réfaction de prix.
NAI : non accepté à l'intervention (prix de vente non garanti par l'Office national interprofessionnel des Céréales).

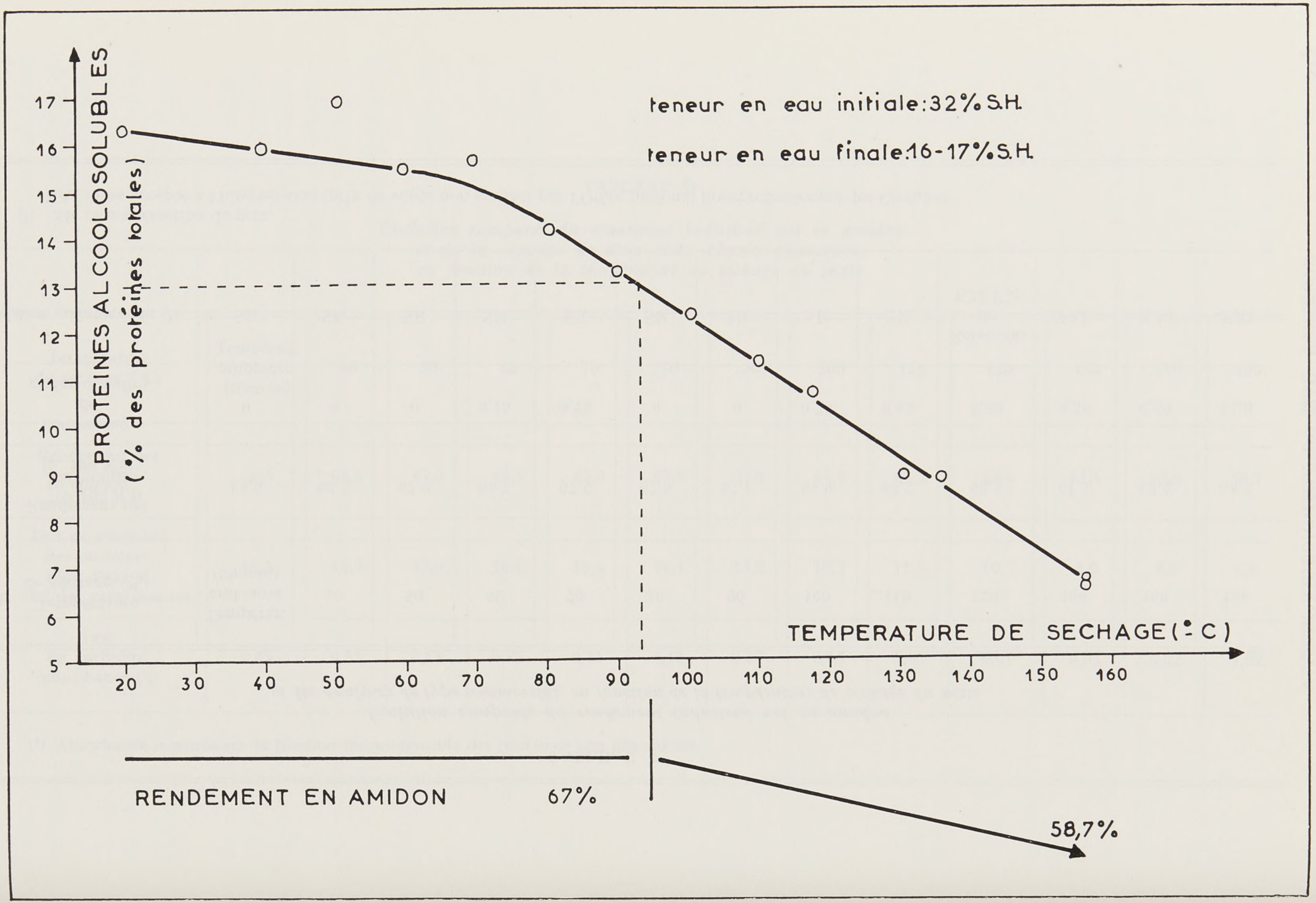


FIG. 2. — *Test de solubilité des protéines dans l'alcool : évolution du pourcentage de protéines alcoolo-solubles en fonction de la température de séchage du maïs*

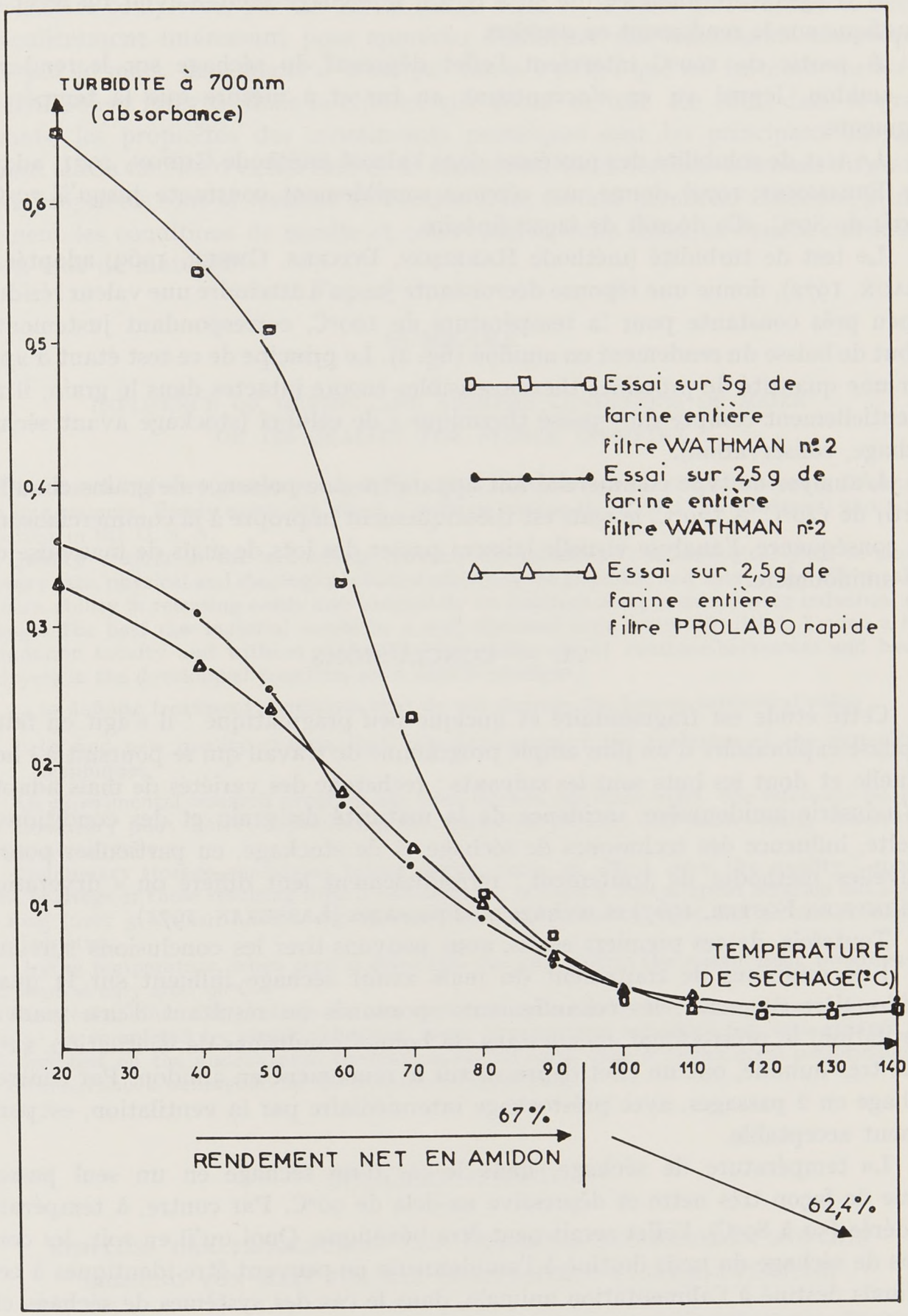


FIG. 3. — *Test de turbidité : évolution de l'indice de turbidité* (absorbance) *des protéines thermosensibles non dénaturées en fonction de la température de séchage du maïs, pour diverses conditions opératoires*

en fonction de la température de séchage du maïs

3. *Résultats obtenus* (tabl. 6 et 7, fig. 2 et 3).

A température modérée (de 50 à 80°C), le séchage semble avoir un léger effet bénéfique sur le rendement en amidon.

A partir de 100°C intervient l'effet dépressif du séchage sur le rendement en amidon, lequel va en s'accentuant au fur et à mesure que la température augmente.

Le test de solubilité des protéines dans l'alcool (méthode GODON, 1971, adaptée par ESPAIGNET, 1972) donne une réponse sensiblement constante jusqu'à 70°C ; à partir de 80°C, elle décroît de façon linéaire.

Le test de turbidité (méthode HARRISON, DOARKS, GREER, 1969, adaptée par BEAUX, 1972), donne une réponse décroissante jusqu'à atteindre une valeur résiduelle à peu près constante pour la température de 100°C, correspondant justement au début de baisse du rendement en amidon (fig. 2). Le principe de ce test étant d'apprécier une quantité de protéines thermosensibles encore intactes dans le grain, il rend essentiellement compte du « passé thermique » de celui-ci (stockage avant séchage, séchage, conservation).

L'analyse de type commercial fait apparaître une présence de grains chauffés à partir de 120°C. A 130°C, le maïs est théoriquement impropre à la commercialisation. En conséquence, l'analyse visuelle laissera passer des lots de maïs de mauvaise qualité amidonnière.

VI. — CONCLUSIONS

Cette étude est fragmentaire et quelque peu pragmatique : il s'agit en fait de la phase exploratoire d'un plus ample programme de travail qui se poursuit à l'heure actuelle et dont les buts sont les suivants : recherche des variétés de maïs adaptées à l'industrie amidonnière, incidence de la maturité du grain et des conditions de récolte, influence des techniques de séchage et de stockage, en particulier pour les nouvelles méthodes de traitement : refroidissement lent différé ou « dryeration » (THOMPSON, FOSTER, 1967) et séchage en 2 passages (LASSERAN, 1971).

Toutefois, de ces premiers essais, nous pouvons tirer les conclusions suivantes.

Les conditions de traitement du maïs avant séchage influent sur la qualité amidonnière du maïs ; les échauffements spontanés ou résultant d'une mauvaise ventilation, le préstockage, même dans de bonnes conditions de ventilation, sur du maïs très humide, ont un effet dépressif sur le rendement en amidon. Par contre, le séchage en 2 passages, avec préstockage intermédiaire par la ventilation, est parfaitement acceptable.

La température de séchage, dans le cas d'un séchage en un seul passage, influe de façon très nette et dépressive au-delà de 90°C. Par contre, à température modérée (50 à 80°C), l'effet serait peut-être bénéfique. Quoi qu'il en soit, les conditions de séchage du maïs destiné à l'amidonnerie ne peuvent être identiques à celles du maïs destiné à l'alimentation animale, dans le cas des systèmes de séchage classique. Toutefois, il a été montré que la méthode dite du refroidissement lent différé ou « dryeration » (THOMPSON, FOSTER, 1967) pouvait constituer un système polyvalent de séchage pour l'utilisation du maïs (amidonnerie, alimentation du bétail).

Les analyses de type commercial (examen de l'aspect visuel des grains) ne sont pas suffisantes pour apprécier la qualité du maïs destiné à l'amidonnerie. Elles doivent être complétées par des tests. Parmi ceux-ci, le tests de turbidité se révèle particulièrement intéressant pour apprécier l'influence des traitements thermiques subis par le maïs. Cependant il n'est pas exclu *a priori* que les facteurs variété et maturité soient intégrés dans la réponse que donne ce test. En effet, dans le grain de maïs, les propriétés des constituants protéiques sont les principaux facteurs influant sur la facilité d'extraction et de séparation des différentes fractions du grain ; or ces propriétés sont le résultat de l'action d'un certain nombre d'éléments, principalement les conditions de récolte et conservation, mais aussi la variété considérée et son état de maturité.

SUMMARY

INFLUENCE OF DRYING AND STORAGE CONDITIONS OF MAIZE ON ITS QUALITY FOR STARCH INDUSTRY

The starch industry processes larger quantities of maize because of the increasing demand of corn by-products. Yearly needs are about 3 millions tons in the E. E. C. (9 countries) and 6 millions tons in the U. S. A.

Quality criteria in the wet-milling industry are as follows : technological yield in starch, recovery rate, physical and rheological characteristics of the granules, and more generally speaking the corn ability in releasing easily and completely its different components during industrial processings. The best raw material would be a well ripenned corn, naturally dried, having a high germination faculty and without craks. The increasing use of combine-harvesters and heated air dryers in the developped countries set a double problem :

1. to definite treatment conditions that do not damage the kernels intrinsical value ;
2. to find new quality criteria that take into account the evolution of the agricultural techniques.

An experimental research program has been worked out since 1968. The reference methods is a laboratory pilot factory reproducing the industrial process. The main results obtained up to now are as follows.

Preliminary storage conditions before drying have an effect upon the quality : spontaneous heatings or those resulting from a bad aeration, or even a well adapted aeration but lasting too long (over 3 weeks), have a depressing effects on the starch yield and on the rheological characteristics.

Drying temperature, when corn is dried into one run, affects the starch yield, progressively and depressingly after 90°C.

Classical commercial gradings are not sufficient to estimate the wet-milling ability : they have to be completed by physico-chemical tests. The proteins solubility test into ethanol, the turbidity test on the undenatured thermosensible proteins, give a rather good performance of the terminal shock undergone by the kernels during drying.

ZUSAMMENFASSUNG

EINFLUSS DER TROCKNUNGS- UND LAGERUNGSBEDINGUNGEN AUF DIE EIGNUNG VON MAIS FÜR DIE INDUSTRIELLE STÄRKEGEWINNUNG

Die Stärkeindustrie verarbeitet auf Grund der ansteigenden Nachfrage von Derivaten, immer grössere Maismengen. Der Bedarf beträgt 3 Millionen Tonnen in der E. W. G. (9 Länder) und 6 Millionen Tonnen in den U. S. A.

Folgende Qualitätsmerkmale sind für die Stärkeindustrie massgebend : industrielle Stärkeausbeute, Gesamtausbeute, physikalische und rheologische Eigenschaften der Stärke, und allge-

meiner gesehen die Fähigkeit des Maises, die verschiedenen Bestandteile leicht und vollständig freizugeben. Das beste Ausgangsmaterial wäre reifes, natürlich getrocknetes Korn, mit hoher Keimfähigkeit und ohne Bruchrisse. Durch den zunehmenden Einsatz des Mähdreschers und des Heisslufttrockners in den hochentwickelten Ländern werden zwei Probleme aufgeworfen :

1. Bestimmung der Behandlungsbedingungen die den ursprünglichen Wert des Korns erhalten ;
2. Forschung nach neuen Qualitätsmerkmalen, die der Entwicklung der Agrartechnik angepasst sind.

Ein Versuchsprogramm wurde 1968 aufgestellt. Als Vergleichsverfahren dient ein Labormodell zur Stärkegewinnung das den Industriemethoden ähnlich ist. Folgende Ergebnisse wurden bis heute ermittelt.

Das vorläufige Lagern vor der Trocknung beeinflusst die Qualität, spontane oder durch schlechte Belüftung hervorgerufene Selbsterhitzung Korrekte aber zu lange Belüftung (über 3 Wochen) haben eine vermindernde Wirkung auf die Stärkeausbeute und die rheologischen Eigenschaften.

Die Trocknungstemperatur wirkt ab 90°C vermindernd auf die Qualität.

Die handelsüblichen Normen sind zur Bestimmung der Eignung von Mais für die Stärkeindustrie unzureichend. Sie müssen durch physikalisch-chemische Tests ergänzt werden. Der Proteinlöslichkeitstest in Alkohol, oder der Trübheitstest der nicht denaturierten wärmeempfindlichlichen Proteine geben ein gutes Bild über den während der Trocknung vom Korn erhaltenen Wärmeschock.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Busson F., Fauconneau G., Pion N., Montreuil J., 1966. Influence des conditions de production, de récolte et de stockage sur la composition biochimique des céréales ; répercussions des variations sur la valeur nutritionnelle ; 2e section : acides aminés. *Ann. Nutr. Alim.*, **20**, 199-219.

Godon B., Petit L., 1971. Le maïs-grain, préstockage, séchage et qualité. Propriétés des protéines. *Ann. Zootechn.*, **20**, 641-644.

Harrison K. R., Doarks P. F., Greer E. N., 1969. Detection of heat damage in dried wheat. *Milling*, (151), 37-38.

Inglett G. E., 1970. *Corn : culture, processing, products*. Avi Pub. Comp. Inc. Westport Conn., U. S. A.

Lasseran J.-C., 1971. Le séchage du maïs et des autres céréales. *Bull. anc. Elèves Ec. fr. Meun.*, (242), 82-94.

Lasseran J. C., Beaux Y., Espaignet A., 1972. L'amidonnerie de maïs : les techniques utilisées et la qualité du maïs. *Bull. anc. Élèves Ec. fr. Meun.*, (251), 228-237.

Loewus F. A., 1952. Improvement in anthrone method for determination of carbohydrates. *Anal. Chem.*, **24**, 219.

Saint-lebe L. *et al.*, 1965. Une méthode d'extraction de l'amidon du maïs. *Starke*, **17** (11), 341-346.

Saint-Lebe L., 1971. Le maïs-grain. Préstockage, séchage et qualité. Qualité du maïs destiné à l'amidonnerie. *Ann. Zootechn.*, **20**, 645-651.

Thompson R. A., Foster G. H., 1967. *Dryeration. High speed drying with delayed aeration*. Paper n° 67-843, American Society of agricultural Engineers.

Tollier M.-T., Guilbot A., 1965. *Contribution à l'étude du rayonnement gamma sur les caractères physico-chimiques de l'amidon et sa sensibilité aux amylases*. Thèse d'ingénieur du C. N. A. M., Paris.

Tollier M.-T., Guilbot A., 1971. Le maïs-grain, préstockage, séchage et qualité. Caractéristiques de la fraction glucidique. *Ann. Zootechn.*, **20**, 633-640.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (4), 823-830.

INFLUENCE DE L'HUMIDITÉ DU GRAIN A LA RÉCOLTE ET DE LA TEMPÉRATURE DE SÉCHAGE SUR LA VALEUR NUTRITIVE DES PROTÉINES DU BLÉ

R. PION et M. PAWLAK

Station d'Études des Métabolismes,
Centre de Recherches zootechniques et vétérinaires, I. N. R. A.,
Theix, 63110 Beaumont (France)

RÉSUMÉ

Des échantillons de blé récoltés respectivement à 18 p. 100 et à 22 p. 100 d'humidité et séchés soit à 60°C soit à 120°C ont été comparés à un témoin récolté à 13 p. 100 d'humidité.

On a étudié l'influence de ces différents traitements sur la composition en acides aminés des échantillons, ainsi que sur leur aptitude à assurer la croissance du rat et sur la disponibilité de leurs acides aminés déterminée *in vivo* chez le rat.

Les différents traitements n'ont pas eu d'influence significative sur la composition en acides aminés des échantillons. Tous les échantillons, lorsqu'ils ont été supplémentés en fonction de leur composition de manière à satisfaire les besoins du rat, ont constitué la base de régimes très bien consommés et permettant une très bonne croissance des animaux. Toutefois, l'étude de concentrations en acides aminés libres des tissus sanguin et musculaire met en évidence une diminution de la disponibilité des acides aminés soufrés dans le cas des quatre échantillons qui ont été récoltés humides et ont subi des traitements thermiques sans qu'il apparaisse de différence en ce qui concerne la lysine.

Les différents traitements n'ont donc eu que peu d'action sur la valeur nutritive des échantillons de blé et leur effet peut être facilement corrigé par une supplémentation en DL-méthionine.

INTRODUCTION

Il est bien connu que les traitements thermiques peuvent avoir une influence défavorable sur la disponibilité des acides aminés des aliments et peuvent même parfois entraîner des destructions partielles de certains d'entre eux. C'est pourquoi nous avons entrepris l'étude de la valeur nutritive des protéines d'échantillons de blé, récoltés à plusieurs taux d'humidité et ayant subi ou non un séchage.

Nous avons utilisé pour cette étude le rat en croissance et avons déterminé en fin d'expérience les teneurs en acides aminés libres des tissus sanguin et musculaire afin de les comparer à celles que nous avons observées précédemment et en particulier aux courbes de référence correspondant à des apports croissants d'un acide aminé (lysine, thréonine, isoleucine) dans le régime d'animaux dont tous les autres besoins sont satisfaits (PAWLAK et PION, 1968 *a*, *b* ; 1971). Cette comparaison doit nous permettre d'apprécier l'état de nutrition azotée des animaux et par suite la disponibilité des acides aminés des protéines qu'ils ont ingérées.

MATÉRIEL ET MÉTHODES

Échantillons

Des échantillons de blé *Capitole* ont été récoltés mûrs mais à plusieurs taux d'humidité, 13 p. 100 pour le lot témoin, 18 et 22 p. 100 pour les lots expérimentaux. Ces derniers ont été séchés soit à 60°C soit à 120°C en couches minces par un courant d'air chaud.

Méthodes analytiques

L'azote a été déterminé par la méthode de Kjeldahl.

Les acides aminés ont été dosés par chromatographie sur colonne au moyen d'un appareil automatique, après hydrolyse acide dans les conditions précédemment décrites (PION et FAUCONNEAU, 1966). Les acides aminés soufrés ont été déterminés après oxydation performique des échantillons ; le tryptophane a été dosé après séparation sur Sephadex G 25 consécutive à une hydrolyse barytique (SLUMP et SCHREUDER, 1969).

Expérimentation sur animaux

Les animaux utilisés sont des rats mâles de souche *Wistar*, répartis en lot de 8, élevés dans des locaux éclairés de 6 heures à 18 heures, maintenus à 22°C et de degré hygrométrique contrôlé. Ils sont élevés en cages individuelles et reçoivent à volonté les régimes expérimentaux sous forme semi-liquide pendant 14 jours à partir d'un poids moyen de 115-118,5 g.

Les différents échantillons ont été incorporés comme seule source de protéines dans des régimes sensiblement iso-énergétiques et iso-azotés calculés de manière à satisfaire tous les besoins des animaux. Les matières azotées étaient supplémentées par un mélange d'acides aminés industriels, de telle sorte que les besoins des animaux étaient satisfaits avec un certain excédent pour la plupart des acides aminés indispensables, à l'exception de la lysine et de la thréonine qui n'étaient apportées qu'en quantités très voisines du besoin. La composition du mélange d'acides aminés industriels ajouté à 103-105 g de matières azotées du blé figure dans le tableau 1.

Les légères différences dans les teneurs en matières azotées et en certains acides aminés indispensables des régimes (tabl. 2) sont liées aux différences observées dans les compositions des échantillons (tabl. 3).

TABLEAU I

Composition en acides aminés indispensables du régime renfermant le blé témoin

(g/kg d'aliment sec)

	Provenant du blé	Ajouté (1)	Total
Thréonine	3,25	1,7	4,95
Valine	5,0	1,6	6,6
Isoleucine	4,0	1,2	5,2
Leucine	7,0	0,7	7,7
Tyrosine	3,15		8,65
Phénylalanine	4,6	0,9	
Méthionine	1,8	2,0	6,8
Cystine	3,0		
Lysine	2,9	5,5 (1)	8,4
Histidine	2,35		2,35
Arginine	5,35		5,35
Tryptophane	1,1	0,6	1,7

(1) Les acides aminés industriels sont de la forme L, sauf en ce qui concerne la méthionine apportée sous forme DL.

(2) Apporté sous forme de 6,9 g de L-lysine HCl.

TABLEAU 2

Teneur en matières azotées et en quelques acides aminés indispensables des différents régimes

N° échantillon	I	II	III	IV	V
Teneur en eau à la récolte (p. 100)	13	18	18	22	22
Température de séchage (°C)		60	120	60	120
MAT (N × 6,25) p. 100 MS	11,9	11,7	11,7	11,9	11,9
MAT du blé p. 100 MS	10,5	10,3	10,3	10,5	10,5
Lysine	8,4	8,6	8,5	8,6	8,6
Méthionine + Cystine	6,8	6,9	6,9	6,8	7,1
Histidine	2,4	2,6	2,5	2,7	2,5

L'équilibre énergétique du régime est assuré par l'adjonction d'amidon de blé et d'huile.

Les teneurs en minéraux et en vitamines des régimes sont identiques à celles qui ont été décrites précédemment (PAWLAK et PION, 1968 *a*).

TABLEAU 3

Teneur en matières azotées et composition en acides aminés des différents échantillons

(g/16 g N)

N° échantillons	I	II	III	IV	V
MA (N × 6,25) p. 100 MS .	13,0	11,9	12,8	11,3	11,3
Ac. aspartique	5,4	5,4	5,8	5,5	5,55
Thréonine.....	3,1	3,15	3,2	3,2	3,2
Sérine	4,85	4,85	4,75	4,8	4,95
Ac. glutamique	29,15	28,05	28,0	27,95	28,1
Proline	9,5	9,1	9,15	9,25	9,55
Glycine	4,05	4,2	4,15	4,1	4,15
Alanine	3,65	3,75	3,7	3,65	3,7
Valine	4,75	4,55*	4,5*	4,6*	4,6*
Isoleucine	3,8	3,6*	3,65*	3,65*	3,75*
Leucine.....	6,65	6,75	6,65	6,8	6,75
Tyrosine	3,0	3,05	2,85	2,95	2,95
Phénylalanine	4,35	4,35	4,25	4,4	4,6
Méthionine	1,7	1,8	1,8	1,75	1,85
Cystine	2,9	2,95	2,95	2,8	3,0
Lysine.....	2,75	3,05	2,85	3,0	2,9
Histidine	2,25	2,55	2,4	2,55	2,4
Arginine	5,1	5,05	5,0	5,3	5,15
Tryptophane	1,05				

* Dosée après hydrolyse de 24 heures seulement.

RÉSULTATS ET DISCUSSION

Teneur en matières azotées et composition en acides aminés des échantillons (tabl. 3)

Il y a de notables différences de teneur en matières azotées entre les échantillons. Leurs compositions en acides aminés sont voisines les unes des autres et les quelques différences observées ne permettent en aucun cas de conclure à une destruction de certains d'entre eux.

La faiblesse relative des valeurs observées pour les teneurs en valine et isoleucine des échantillons ayant subi un séchage est liée au temps d'hydrolyse de 24 heures, seulement utilisé pour l'analyse, qui n'a pas permis la libération complète de ces acides aminés. Les échantillons ont vraisemblablement des teneurs très voisines en ces deux acides aminés.

Croissance et consommation (tabl. 4)

Tous les régimes ont été bien consommés et ont permis d'excellentes croissances. Il n'y a aucune différence significative entre les lots (au seuil de 5 p. 100).

TABLEAU 4

Croissance et consommation des animaux

Échantillons	I	II	III	IV	V
Consommation d'aliments (g de MS/jour)	19,1 ± 0,85	19,2 ± 1,14	18,9 ± 1,22	18,85 ± 0,98	19,1 ± 1,10
Gain de poids moyen journalier g	6,94 ± 0,62	6,73 ± 0,35	6,59 ± 0,44	6,70 ± 0,53	6,88 ± 0,54

Composition en acides aminés des tissus sanguin et musculaire (tabl. 5)

Compte tenu de la composition des régimes, les valeurs obtenues pour la thréonine sont relativement faibles alors que les concentrations en lysine libre du tissu musculaire sont relativement élevées pour les teneurs en lysine des régimes. Les teneurs en histidine sont relativement faibles.

Le fait le plus marquant est la différence de teneur en méthionine entre les tissus des animaux qui ont consommé le régime témoin et ceux des rats qui ont reçu les aliments comportant les blés ayant subi un séchage ; on observe une diminution de l'ordre de plus de 30 p. 100 de la teneur en méthionine libre du muscle chez les animaux qui ont consommé les blés récoltés à 18 p. 100 d'humidité et le blé récolté à 22 p. 100 d'humidité et séché à 60°C. La baisse observée dans le cas du blé récolté à 22 p. 100 d'humidité et séché à 120°C atteint plus de 45 p. 100. Les différences observées dans le sang sont plus faibles mais confirment celles qui ont été mises en évidence dans le muscle.

Parmi les acides aminés non indispensables, quelques différences sont observées entre les lots expérimentaux et le lot témoin, en particulier en ce qui concerne les teneurs sanguine et musculaire en proline chez les animaux qui ont consommé les blés récoltés à 22 p. 100 d'humidité.

Les faibles teneurs en thréonine observées pour les tissus sanguin et musculaire de l'ensemble des échantillons, y compris le témoin, traduisent vraisemblablement une certaine indisponibilité de la thréonine du blé.

Les teneurs en lysine libre élevées du tissu sanguin et musculaire montrent que des apports alimentaires relativement limités en lysine sont plus que suffisants pour assurer l'anabolisme protidique, ce qui traduit sans doute une bonne disponibilité de cet acide aminé dans l'ensemble des régimes, mais peut-être dû également à la présence d'un facteur limitant, la thréonine.

L'ensemble des résultats montre que les traitements thermiques utilisés n'ont

pas entraîné de forte détérioration de valeur nutritive des échantillons. Les supplémentations en acides aminés effectuées, quoique relativement faibles dans le cas de la lysine, ont toujours suffi pour assurer une excellente croissance des animaux.

TABLEAU 5

Teneurs en acides aminés libres des tissus musculaire et sanguin
(mg/100 g de tissu frais)

Lot	Muscle					Sang				
	I	II	III	IV	V	I	II	III	IV	V
Ac. aspartique	9,75	9,0	8,95	8,5	8,5	0,80	0,82	0,79	0,70	0,69
Thréonine	9,0	10,7	9,9	9,6	10,0	2,76	3,31	2,56	3,49	3,21
Sérine	14,7	13,7	13,3	11,9	11,4	3,50	3,52	3,28	3,18	3,13
Glutamine asparagine	46,2	45,5	41,2	44,6	37,1	7,77	6,86	6,30	6,45	5,53
Ac. glutamique	56,7	54,1	55,2	52,7	46,7	4,50	4,10	4,81	5,46	5,56
Proline	6,5	6,3	6,4	5,5	4,6	3,78	3,18	2,96	2,77	2,31
Citrulline	5,1	7,45	7,25	6,7	4,0	2,21	2,25	2,06	2,07	2,08
Glycine	36,5	34,3	32,7	31,1	30,7	3,41	3,23	3,14	2,91	2,64
Alanine	36,9	34,0	36,3	33,9	30,5	7,25	6,56	6,19	6,15	5,27
Valine	2,06	2,43	2,29	2,27	2,23	2,56	2,33	2,08	2,14	1,91
Méthionine	2,72	1,75	1,72	1,82	1,42	1,31	1,18	1,08	1,11	1,00
Isoleucine	1,33	1,43	1,34	1,40	1,14	1,23	1,13	1,00	1,16	0,97
Leucine	1,42	1,56	1,47	1,48	1,37	1,64	1,62	1,53	1,49	1,34
Tyrosine	2,02	2,19	2,00	2,01	1,71	1,45	1,63	1,39	1,52	1,32
Phénylalanine	1,26	1,07	1,11	1,09	0,75	1,24	1,11	1,13	1,05	0,94
Ornithine	1,45	1,56	1,40	1,40	1,02	0,80	0,69	0,79	0,57	0,56
Lysine	15,7	17,2	15,2	15,3	12,8	5,27	5,15	5,61	4,64	4,65
Histidine	1,78	1,78	ND	2,64	2,18	0,63	0,51	0,55	0,67	0,57
Arginine	5,0	5,2	5,6	5,6	5,6	2,37	2,18	2,36	2,17	ND

Il ne semble pas y avoir de différences notables de disponibilité de la thréonine et de la lysine entre les échantillons. Il est vrai que la lysine a été apportée pour plus de 60 p. 100 sous forme libre et que de faibles différences de disponibilité de la lysine du blé peuvent très bien dans ces conditions passer inaperçues.

En revanche, les différences observées dans le cas de la méthionine mettent en évidence une nette indisponibilité des acides aminés soufrés, en particulier dans le cas de l'échantillon récolté à 22 p. 100 d'humidité et séché à 120°C. Mais les valeurs observées et les croissances des animaux montrent que les effets du séchage sont facilement compensés par une supplémentation en DL-méthionine.

CONCLUSION

Les résultats obtenus montrent qu'il est possible de sécher du blé récolté humide (18 à 22 p. 100 d'humidité) sans détérioration importante de la valeur nutritive de ses protéines, à l'exception d'une indisponibilité partielle des acides aminés soufrés qui peut être facilement corrigée par une supplémentation en DL-méthionine des régimes.

REMERCIEMENTS

Nous remercions MM. Godon et Lasserand qui nous ont fourni les échantillons.

SUMMARY

INFLUENCE OF GRAIN MOISTURE CONTENT AT HARVEST TIME AND OF DRYING TEMPERATURE ON NUTRITIVE VALUE OF WHEAT PROTEINS

Samples of wheat harvested respectively at 18 p. 100 and 22 p. 100 of moisture content (w.b.) and dried at 60°C (140°F) or 120°C (248°F) were compared with a check sample harvested at 13 p. 100 moisture content.

The influence of these various treatments on the amino-acids composition of samples was studied, as well as on their capacity for ensuring the growth of rats and on the disponibility of their amino-acids determined *in vivo* in rats.

The various treatments proved to have no significant influence on the amino-acid composition of samples. All the samples, when their composition was supplemented so as to satisfy the rats needs, constituted the basis of well accepted diets, and allowed the animals to grow well. However, the study of free amino-acid concentrations in blood and muscular tissues shows with evidence a decrease of disponibility in sulfuro-amino-acids in the four samples harvested at a high moisture content and submitted to thermic treatments without any appearance of change in lysine.

The various treatments therefore had little influence on the food value of wheat samples and their effect can easily be corrected by a supplementation with DL-methionine.

ZUSAMMENFASSUNG

EINFLUSS DER KORNFEUCHTIGKEIT BEI DER ERNTE UND DER TROCKNUNGSTEMPERATUR AUF DEN NÄHRWERT DER WEIZENPROTEINE

Die mit 18 p. 100 bzw. 22 p. 100 Feuchtigkeit geernteten und bei 60°C bzw. 120°C getrockneten Weizenproben wurden mit einer Probe von 13 p. 100 Feuchtigkeit verglichen.

Der Einfluss dieser Behandlung auf die Zusammensetzung der Aminosäuren der Proben auf die Fähigkeit die Wachstumsrate einer Ratte zu sichern und auf die Verfügbarkeit der Aminosäuren bei der Ratte *in vivo* wurde untersucht.

Die verschiedenen Behandlungen hatten keinen wesentlichen Einfluss auf die Zusammensetzung der Aminosäuren der Proben. Nachdem alle Proben in ihrer Zusammensetzung auf den Rattengebrauch ergänzt wurden, bildeten sie eine gute Nahrunsgrundlage und bewirkten einen sehr guten Wachstum der Tiere. Die Untersuchung der Konzentrierung von freien Aminosäuren in den Blut — und Muskelgeweben bringt aber eine Abnahme der Verfügbarkeit der schwefelhaltigen Aminsäuren bei vier feucht geernteten Proben zum Vorschein. Diese Proben waren einer thermischen Behandlung unterworfen, ohne dass eine Änderung des Lysins zum Vorschein kam.

Die verschiedenen Behandlungen hatten nur einen schwachen Einfluss auf den Nährwert der Weizenproben, und dieser Einfluss kann noch durch eine Ergänzung mit DL-Methionin korrigiert werden.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

PAWLAK M., PION R., 1968 *a*. Influence de la supplémentation des protéines de blé par des doses croissantes de lysine sur la teneur en acides aminés libres du sang et du muscle du rat en croissance. *Ann. Biol. anim. Biochim. Biophys.*, **8**, 517-530.

PAWLAK M., PION R., 1968 *b*. Influence de la supplémentation des protéines du blé par des doses croissantes de thréonine sur les teneurs en acides aminés libres du sang total et du muscle du rat en croissance. *C. R. Acad. Sci.*, série D, **266**, 1993-1995.

PAWLAK M., PION R., 1971. Influence de la teneur en isoleucine du régime sur la croissance et la teneur en isoleucine libre du sang et du muscle du rat. *Ann. Biol. anim. Biochim. Biophys.*, **11**, 505-510.

PION R., FAUCONNEAU G., 1966. Les acides aminés des protéines alimentaires. Méthodes de dosage et résultats obtenus. *Amino acides, peptides, protéines*, cahier n° 6, 159-175. A. E. C. Société de Chimie organique et biologique, Paris.

SLUMP P., SCHREUDER H. A. W., 1969. Determination of tryptophan in foods. *Anal. Biochem.*, **27**, 182-186.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (4), 831-838.

EINFLUSS DER LAGERUNG AUF DIE BACKEIGENSCHAFTEN VON WEIZEN

W. SEIBEL und D. WEIPERT

Bundesforschungsanstalt für Getreideverarbeitung, 493 Detmold, Schützenberg, 12, Postfach 23 (R. F. A.)

ZUSAMMENFASSUNG

Weizen der Ernte 1971 wurde an mehreren geographisch voneinander getrennten Standorten in Silozellen ein Jahr lang gelagert. In bestimmten Zeitabständen wurden Muster gezogen und indirekte Untersuchungen (Sedimentationswert, Proteingehalt, lösliches, Protein, Quellzahlen u. s. w.) und Backversuche durchgeführt.

Weiterhin werden Ergebnisse von Qualitätskontrollen an langjährig gelagertem Drittlandweizen mitgeteilt. Es handelt sich hierbei um Untersuchungen an staatlichen Getreidevorräten.

I. — EINLEITUNG UND PROBLEMSTELLUNG

Die Steigerung der Getreideproduktion, die Mechanisierung der Ernte und vor allem der Einsatz des Mähdreschers erfordern von den Getreideerzeugern und — verarbeitern umfangreiche Kenntnisse über die Veränderungen, die sich im Prozess der Trocknung, der Nachreife und während der langfristigen Lagerung im Getreidekorn abspielen. Über die Nachreifeprozesse im Getreidekorn kann im Zusammenhang mit den « traditionnellen » Ernteverfahren nachgelesen werden, dass das Getreide nach der Ernte — in der Scheune oder auf dem Feld — eines Prozess des Schwitzens durchmacht der zu einem vollständigen Übergang in den Ruhezustand des Kornes führt. Das Schwitzen äussert sich darin, dass das bislang trockene Getreide feucht wird (Hoffmann-Mohs, 1931). Da das Kornwasser hierbei im wesentlichen unbeeinflusst geblieben war, muss das Schwitzen auf einem Prozess des Freiwerdens von Wasser im Korn beruhen, was mit dem Altern und Entquellen der Kornkolloide (Synaeresis) gedeutet wurde. Allerdings darf nicht übersehen werden, dass das Feuchtwerden von Getreidekörnern seine Ursache vielfach in der erhöhten Atmungsintensität der Körner und Kondensation der Luftfeuchtigkeit haben kann.

Die biochemischen Veränderungen im Getreidekorn während der Nachreife und während der Lagerung schlechthin sind von der Korn- und Luftfeuchtigkeit, Temperatur, aeroben und anderen Lagerungsbedingungen, aber auch von Qualitätseigenschaften des Getreides und seiner Enzymaktivität abhängig, wobei der Faktor Mikroflora nicht ausser acht gelassen werden darf (MAJOR, 1966 ; MILATOVIĆ, 1968 ; PETIT, 1969).

Über den Zeitpunkt und Verlauf der Nachreifeprozesse können unterschiedliche Angaben in der Literatur nachgelesen werden. Bei einem normalen Wassergehalt von 14-15 p. 100 beginnt die Nachreife etwa drei Wochen nach der Ernte (MAJOR, 1966). Nach anderen Angaben findet die Nachreife erst im Dezember statt, so dass erst ab Januar mit voller Backfähigkeit des Weizens gerechnet werden darf (ABERHAM, 1964). Die in der Nachreife erreichte Qualität bleibt bei sachgemässer Lagerung zunächst erhalten.

Als ein fassbares Ergebnis der Nachreife wurde ein leichter Abfall der Feuchtklebergehalte, Ansteigen seiner Qualität sowie Verbesserung der physikalischen Eigenchaften der Teige festgestellt (ABERHAM, 1964). Weiterhin wurde von der Verringerung des wasserlöslichen Eiweisses sowie von der Veränderung der Aminosäurezusammensetzung des Weizens in Abhängigkeit von der Lagerung berichtet (LINKO, 1962 ; MEJBAUM-KATZENELLENBOGEN *et al.*, 1963 ; DEBCZYNSKA 1966). Es muss gerechterweise aber noch gesagt werden, dass die von den Autoren berichteten Veränderungen und Verbesserungen der Weizenqualität nicht gross gewesen sind (ABERHAM, 1964 ; MAJOR, 1966). Über ähnliche Erfahrungen in bezug auf geringe Veränderungen des Verarbeitungswertes von unter sachgerechten Bedingungen gelagerten Weizen über längere Zeit wurde ebenfalls berichtet (PIXTON *et al.*, 1964 ; PIXTON *et al.*, 1967). Die geringfügigen Veränderungen in bezug auf Proteinlöslichkeit u.a. fanden in den ersten zwei Jahren und in bezug auf Zurückgehen der Zuckergehalte erst nach längerer Zeit statt. Die Veränderung der Backeigenschaften nach langfristiger Lagerung und solcher unter ungünstigen Bedingungen können nach der Meinung einiger Autoren mit dem Sedimentationswert erfasst werden (MATTERN, 1967 ; BOLLING, 1969).

Ziel dieser Arbeit ist es, über die Veränderungen der Qualitätsmerkmale des aus dem Einzugsgebiet der Mühle aufgenommenen Weizens, der üblicherweise im selben Getreidejahr verarbeitet wird, und über die des Qualitätsweizens ausländischer Provinienzen, der in langfristiger Lagerung aus der staatlichen Bevorratung den Mühlen zur Verfügung steht, zu berichten.

II. — MATERIAL UND METHODE

Für die Untersuchung der Nachreifeprozesse im Weizen haben einige geographisch voneinander getrennte Mühlen in Nord- und Süddeutschland je eine Silozelle mit frisch geerntetem Weizen der Ernte 1971 zur Verfügung gestellt, woraus im festen Rhythmus vierzehntägig bzw. monatlich Muster an die Bundesforschungsanstalt für Getreideverarbeitung eingeschickt wurden. Wie die Tabelle zeigt, handelte es sich hierbei um Weizen mit mittleren bis guten Backeigenschaften, der gleich nach der Ernte in der zweiten Augusthälfte, zum Teil ohne getrocknet zu

werden, eingelagert wurde. An diesem Material ist eine Reihe von Untersuchungen durchgeführt worden, woraus an dieser Stelle nur einige Ergebnisse mitgeteilt werden sollen. Da es sich hierbei um übliche Bestimmungen handelt, werden sie hier nicht weiter erläutert.

Ebenfalls werden Untersuchungsergebnisse der Qualitätskontrolle an langfristig eingelagertem Drittlandweizen (*Manitoba, Dark Hardwinter*) mitgeteilt (Tabl. 1).

TABELLE 1

Untersuchungen am Ausgangsmaterial

Mühle	Rohprotein p. 100 i. Tr.	Sedimentationswert	RMT-Volumen errechnet	Wassergehalt im Korn	Bemerkung
A	13,2	31	630	14,7	Vakuum getrocknet
B	13,0	37	655	15,1	ungetrocknet
C	11,8	25	600	14,7	
D	11,9	19	575	13,5	ungetrocknet
Berlin	15,2	21	620	15,5	ungetrocknet

III. — ERGEBNISSE UND DISKUSSION

Es hat sich in Deutschland eingebürgert, die Qualität des Weizens mit Rohproteingehalt, Sedimentationswert und Rapid-Mix-Test darzustellen. Wie das der Abbildung 1 zu entnehmen ist, zeichneten sich die Muster aus der Mühle A und B

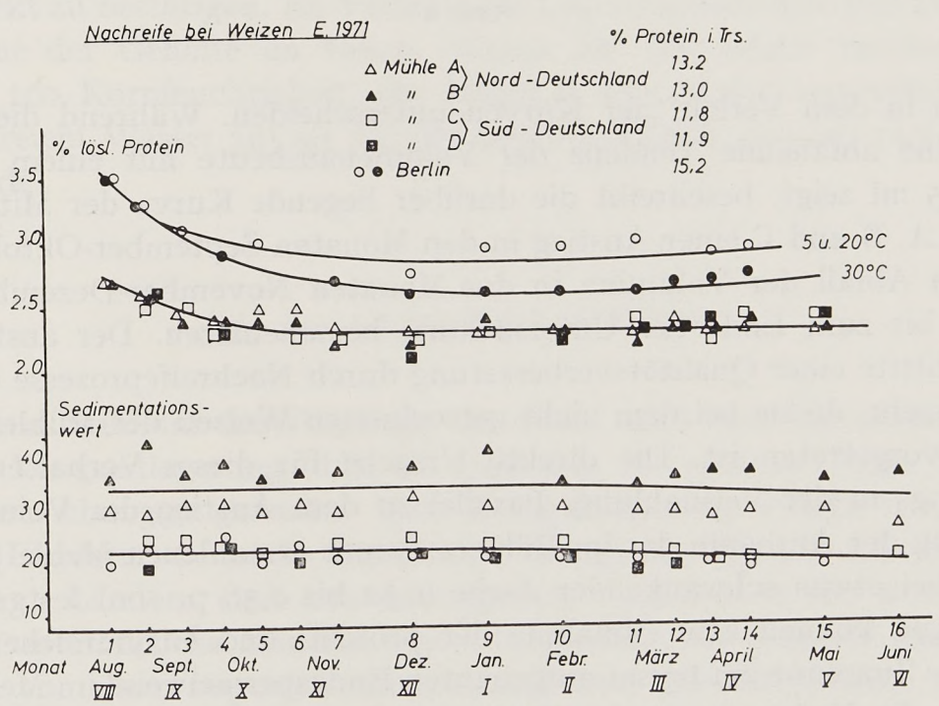


ABB. 1

durch höhere Rohproteingehalte und Sedimentationswerte und dadurch auch durch höher zu erwartende Volumina im Rapid-Mix-Test-Backversuch aus als die aus den Mühlen C und D. Diese Feststellung soll nicht Gültigkeit für die regionalen Qualitatsverhältnisse in Deutschland haben.

Der Verlauf der Sedimentationswerte zeigt gewisse Schwankungen, die durch die Probenahme bzw. durch den Umlauf der Zelle vor der Probenahme verursacht wurden. Eine durch die Mittel der einzelnen Untersuchungstermine gezogene Linie zeigt hingegen bis zum Ende der Untersuchung im Juni, wo das Getreide verbraucht war, keine wesentlichen Veränderungen des Sedimentationswertes. Gleichzeitig kann aber festgestellt werden dass sich der Rückgang der Gehalte an löslichem Protein — als ein Merkmal und Zeichen des Höherpolymerisierens der Proteinmoleküle — nicht in der Höhe und dem Verlauf der Sedimentationswerte widergespiegelt hat.

Entsprechend der Weizenqualität ordnen sich die Volumenausbeuten der im Rapid-Mix-Test untersuchten Muster in zwei Ebenen an (abb. 2), die sich darüber

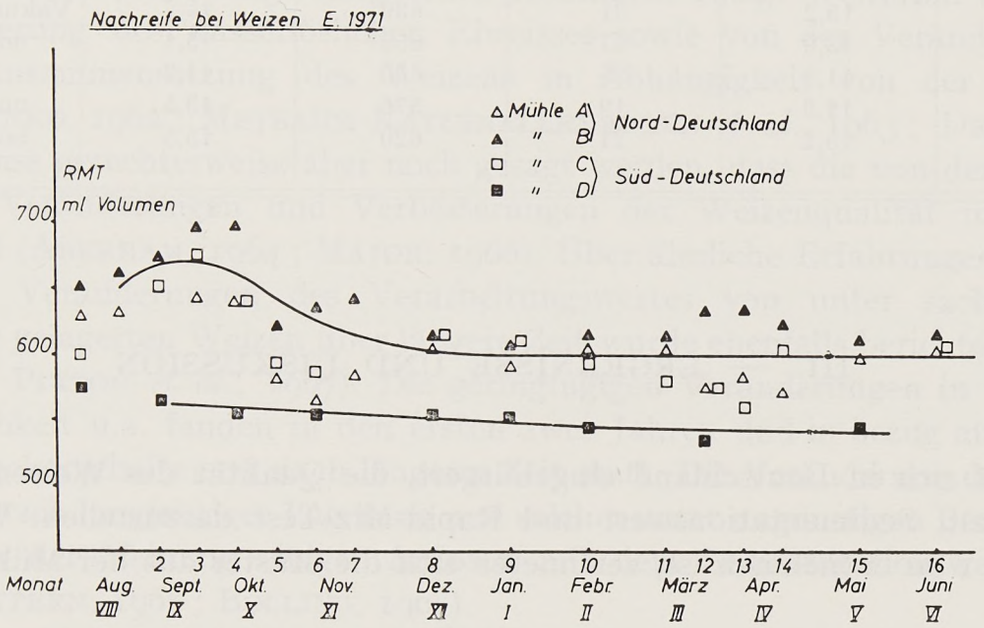


Abb. 2

hinaus auch in dem Verlauf der Kurven unterscheiden. Während die Muster der Mühle D eine abfallende Tendenz der Volumenausbeute mit einem Unterschied von etwa 25 ml zeigt, beschreibt die darüber liegende Kurve der Mittelwerte aus den Mühlen A, B und C einen Anstieg in den Monaten September-Oktober und wiederum einen Abfall der Volumina in den Monaten November-Dezember um dann diese Höhe bis zum Ende der Untersuchung beizubehalten. Der ansteigende Ast der Kurve dürfte einer Qualitätsverbesserung durch Nachreifeprozesse entsprechen. Das um so mehr, da sie bei dem nicht getrockneten Weizen der Mühle B am deutlichsten hervorgetreten ist. Die direkte Ursache für dieses Verhalten der Mehle liegt allerdings in der Vermahlung. Parallel zu dem Anstieg der Volumina wurde ein Rückgang der Ausbeute der im Bühlerautomat ermahlenen Mehle (etwa 76 auf 72 p. 100) bei etwas schwankender Asche (0,52 bis 0,58 p. 100) festgestellt. Diese Veränderungen können eine Abnahme der protein- und enzymreichen Kornfraktion und eine Zunahme am besser aufgebauten Endospermeiweiss im Mehl bedeuten, woraus sich die Verbesserung der Backergebnisse ergeben kann. Inwieweit diese

Veränderungen von den Nachreifeprozessen oder von der Reproduzierbarkeit der Mahl-und Backbedingungen abhängen, kann hier nicht diskutiert werden. Die Paralleluntersuchungen, die in den Mühlen gleichzeitig durchgeführt worden sind, haben ein solches Verhalten nicht angezeigt.

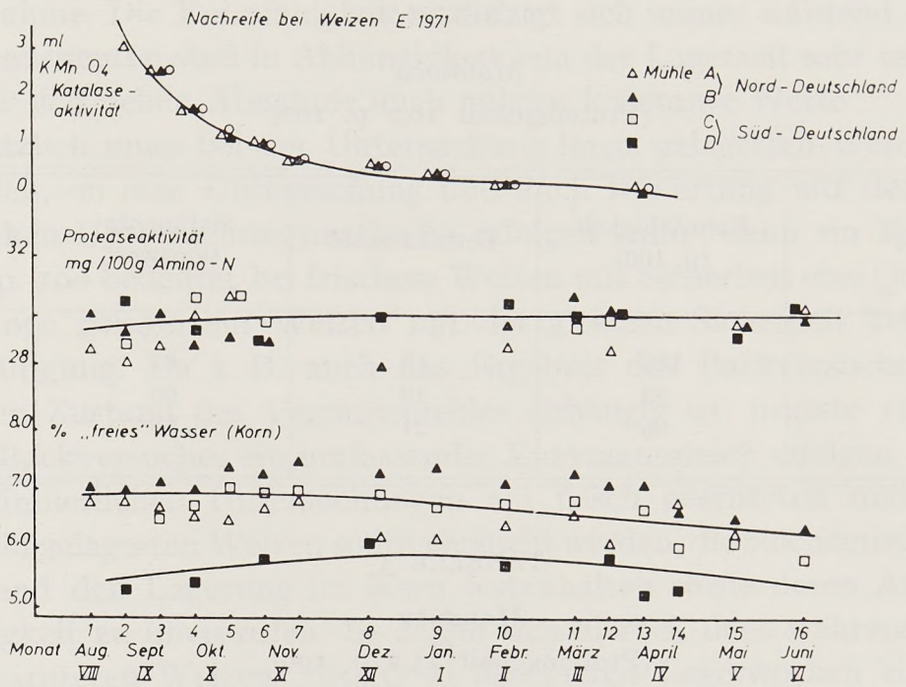


ABB. 3

Aus der Reihe der übrigen Ergebnisse soll noch gezeigt werden, dass das Getreide, wie das die Kurve für die Katalaseaktivität zeigl, im November-Dezember allgemein einen Ruhezustand erreicht, den es bis zum Ende der Untersuchung beibehält. Die Aktivität der anderen Enzyme, wie z.B. der Protease, wird dabei nicht gemindert. Es ist auch nicht gelungen zumindest nicht mit der angewandten Methode, die Erhöhung des « freien » Wassers im Korn während der Nachreife zu erfassen und den Synaereseeffekt zu bestätigen. Im Verlaufe der Lagerung zeichnete sich ab November eine Abnahme der Gehalte an freiem Wasser ab. Das relativ trockene Getreide (um 13,5 p. 100 Kornfeuchtigkeit) der Mühle D wies hierbei wesentlich niedrigere Gehalte an freiem Wasser auf als das der anderen Mühlen, das bei 14,5-15,5 p. 100 gelagert wurde.

IV. — LANGZEITLAGERUNG

Neben dem Studium der Vorgänge, die direkt nach dem Mähdrusch einsetzen, ist auch die Langzeitlagerung, d.h. die Lagerung für mehrere Jahre das Ziel von Qualitätsuntersuchungen gewesen. Eine Langzeitlagerung erfolgt in getreideproduzierenden Ländern, wenn die Produktion mengenmässig den Absatz übersteigt und in anderen Ländern auch aus strategischen Gründen. In der Bundesrepublik Deutschland unterhält die Einfuhr- und Vorratsstelle für Getreide eine staatliche Reserve von vor allem importiertem ausländischem Qualitätsweizen, die mehrere Jahre gelagert und anschliessend für Vermahlungszwecke freigegeben wird. Die

Qualitätskontrolle erfolgt durch unsere Forschungsanstalt. Bei diesen Langzeitlagerungen stellt sich immer wieder die wirtschaftlich sehr entscheidende Frage nach der zu verantwortenden Lagerdauer. Da die Ein-und Auslagerung bei allen Reserven relativ teuer ist, wird eine möglichst lange Lagerzeit angestrebt.

TABELLE 2

Manitoba

(Proteingehalt 16,2 p. 100)

Zeitpunkt		Keimfähigkeit (p. 100)	Fettsäurezahl	Sedimentationswert	Volumenausbeute
Dezember	1969	100	15	65	750
	1970	93	19	60	740
	1971	96	21	65	770

TABELLE 3

Manitoba

(Proteingehalt 15,2 p. 100)

Zeitpunkt		Keimfähigkeit (p. 100)	Fettsäurezahl	Sedimentationswert	Volumenausbeute
				63	
November	1968	100	13	64	750
	1969	100	14	57	720
	1970	97	16	59	760
	1971	93	21		720

TABELLE 4

Hard Winter

(Proteingehalt 13,7 p. 100)

Zeitpunkt		Keimfähigkeit (p. 100)	Fettsäurezahl	Sedimentationswert	Volumenausbeute
Juni	1968.....	88	25	34	680
	1969.....	95	23	36	675
	1970.....	80	25	33	655
	1971.....	60	28	34	660

In früheren Versuchen (BRUCKNER und SEIBEL, 1958) wurde festgestellt, dass Weizen im allgemeinen nicht länger als zwei Jahre wegen der Gefahr geschmacklicher Veränderungen gelagert werden sollte, dass jedoch bei längeren Lagerzeiten auch

nur geringe Veränderungen der mahl- und backtechnischen Eigenschaiten zu erwarten sind. Als Beispiel für diese möglichen Veränderungen sind in den Tabellen 2, 3 und 4 einige Untersuchungsergebnisse zusammengestellt.

Grundsätzlich ist bei allen Partien ein leichter Anstieg in den Fettsäurzahlen festzustellen. Bei dem Sedimentationswert ergibt sich die Tendenz einer geringfügigen. Abnahme. Die Keimfähigkeit erniedrigt sich immer während der Lagerzeit. Die Volumenausbeuten sind in Abhängigkeit von der Lagerzeit sehr unterschiedlich, und es zeigen sich neben Abnahme auch nahezu konstante Werte.

Grundsätzlich muss bei der Untersuchung lange gelagerten Weizens die Frage gestellt werden, ob eine Untersuchung und auch Bewertung mit der bei frischem Weizen üblichen Untersuchungsmethodik erfolgen kann ; denn ein Keimfähigkeitswert von 80 p. 100 bedeutet bei frischem Weizen mit Sicherheit eine Qualitätsschädigung, bei lange gelagertem Weizen mit der gleichen Sicherheit keine eindeutige Qualitätsschädigung. Da z. B. auch das Ergebnis des Backversuches direkt vom enzymatischen Zustand des Versuchsmehles abhängig ist, müsste vor der Durchführung des Backversuches ein umfassender Enzymausgleich erfolgen.

In kontinuierlichen Untersuchungen am frisch geernteten und in mehreren Mühlen im Silo gelagerten Weizen sollte versucht werden, die biochemischen Veränderungen während der Lagerung im Korn festzuhalten sowie deren Auswirkung auf die Backfähigkeit zu überprufen. Es zeigte sich hierbei, dass während der Lagerung des frisch geernteten Weizens bereits in den ersten Lagerwochen einige Veränderungen im Korn stattfinden, die durch den Rückgang an Löslichkeit der Proteine sowie durch das Absinken der Katalaseaktivität angezeigt werden. Diese hier aufgezeigten Veränderungen beeinflussen die Backfähigkeit des Weizens nicht, was wiederum in unveränderten Sedimentationswerten zum Ausdruck kommt. Die höheren Backvolumina zu der Zeit, wo die Auswirkung der Nachreife erwartet wird, können von dem veränderten Mehlanfall verursacht werden. Auch bei der Langzeitlagerung ist eine Aufklärung der biochemischen Vorgänge unbedingt notwendig. Die Auswirkungen sind jedoch im allgemeinen kleiner als bisher erwartet wurde, so dass Weizen auch weiterhin zu den Nahrungsmitteln zählt, die ohne grössere Schwierigkeiten über einen längeren Zeitraum ohne grössere Qualitätsverluste gelagert werden können.

RÉSUMÉ

INFLUENCE DU STOCKAGE SUR L'APTITUDE A LA PANIFICATION DU BLÉ

Du blé récolté en 1971 a été stocké pendant un an dans des cellules situées dans plusieurs localités séparées géographiquement les unes des autres.

A des intervalles de temps déterminés, des échantillons ont été prélevés et des examens indirects (indice de sédimentation, teneur en protéines, protéines solubles, indice de gonflement, etc.) ainsi que des essais de panification ont été effectués.

De plus, il est fait mention du contrôle de la qualité de blés de provenance étrangère stockés depuis plusieurs années. Il s'agit dans ce cas de recherches sur des approvisionnements en céréales effectués par l'État.

SUMMARY

STORAGE OF WHEAT AND BAKING STRENGTH

Wheat of the crop year 1971 was stored in silo bins for 1 year at different places. With constant time intervals, samples were taken and examined (sedimentation value, protein content, soluble protein, swelling number, baking test).

Furthermore results are reported about changes in quality figures with wheat which was stored for several years. This storage program was undertaken by the West German Federal Import and Storage Agency.

LITERATUR

ABERHAM H., 1964. Des Reifungsprozess des Getreides im Lager. *Allg. Mühlen-Markt*, **65** (1016), 136-139.

BOLLING H., 1969. Beurteilung des Verarbeitungswertes nach neuzeitlichen Gesichtspunkten. *Mühle*, **106** (10), 145-147.

BRÜCKNER G., SEIBEL W., 1958. Eigenschaften alterntigen Weizens. *Die Mühle*, **95** (44), 608-610.

DEBCZYNKA D., 1966. Einwirkung von Trocknungs — und Lagerungsprozessen des Weizens auf den Gehalt an assimilierbarem Lysin (poln.) *Biul. inform.*, **10** (4), 73-83.

HOFFMANN-MOHS, 1931. *Das Getreidekorn*. I. Band, S. 14-15, Paul Paray.

LINKO P., 1962. Studien über die Aminosäurezusammensetzung und Veränderungen im Weizen hinsichtlich Qualität und Lagerschäden. *Getreide u. Mehl.*, **12** (3), 25.

MAJOR B., 1966. Chemische Veränderungen in lagerndem Getreide. *Mühle*, **103** (23), 386-388.

MATTERN P. J., 1967. Der Einfluss der Getreidelagerung auf den Sedimentations-Wert (engl.). *Amer. Miller Process*, **95** (5), 12-13.

MEJBAUM-KATZENELLENBOGEN W., 1963. Die Albuminfraktion der Proteine von Weizenkörnern (*Tr. vulgare* L.) der Wintersorte *Olza* während der Lagerungs — und Keimungsperiode (poln.) *Hodowla Roślin, Aklimatiyzacjai Nasiennictwo*, **7** (2), 117-125.

MILATOVIĆ L., 1968. Biochemisch-technologische Qualitätsverschlechterung des Weizens durch Lagerung (kroat.). *Hrana i ishrana*, **9** (7), 468-473.

PETIT L., 1969. La constitution chimique du blé et les accidents lors de la conservation. *Bull. École fr. Meunerie*, (232), 189-195.

PIXTON S. W., 1964. Lagerung von Weizen über einen längeren Zeitraum. *J. Sci. Food Agric.*, **15** (3), 152-161.

PIXTON S. W., 1967. Langjährige Lagerung von Weizen (engl.). *J. Sci. Food Agric.*, **18** (3), 94-98.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (4), 839-849.

THE INFLUENCE OF STORAGE CONDITIONS ON THE QUALITY CHARACTERISTICS OF WHEAT AND BARLEY

P. A. SPILLANE

Agricultural Institute,
Kinsealy Research Center Dublin, (Ireland)

SUMMARY

The results presented in this paper show that grain can be stored, under ventilated conditions, for prolonged periods, without significant alteration in quality characteristics. Wheat and barley, with moisture contents in the rangs 20.0 to 22.0 p. 100, were stored for periods of 6 to 9 months and quality factors monitored at regular intervals. Examination of the grain showed that there was no significant increase in the mite population over the storage period and mould counts were substantially the same when the experiments were terminated as they were after harvesting. The development of taints and off-odours was controlled and dry matter losses were held at an acceptable level.

INTRODUCTION

In Ireland, grain is seldom harvested at moisture contents under 20.0 p. 100. The wheat crop is normally harvested in September, when drying conditions are relatively poor, and moisture contents frequently exceed 21.0 p. 100. It is necessary therefore to dry the entire cereal crop for safe storage. The provision of state grants has encouraged investment in drying facilities and until recently drying capacity has been adequate to deal with normal crops.

There has been a dramatic increase in cutting capacity in recent years and a swing from bag to tanker combines. This in turn has caused a rapid extension in bulk transport and in bulk storage at farm level. The barley harvest, in any one area, is now completed in about 2 weeks and 80 p. 100 of the wheat crop reaches intake points in a three-week period. The full impact of these changes has not yet been felt as harvesting conditions over the past few years have been excellent and grain moisture contents lower than average. In poor harvest conditions, moisture contents

could be 2.0 p. 100 higher than in recent years with a consequent reduction in handling and drying capacity. A high percentage of the crop is now held in bulk containers and delays could give rise to serious problems at both farm and merchant level. It would be unrealistic to expect the industry to increase drying facilities to handle the crop in such a limited period. The cost of providing such facilities would be high and this would be reflected in the cost of dried grain to brewers, distillers, millers, bakers and other processing industries. Circumstances have therefore dictated the need for a low cost conditioning system that can maintain grain in sound condition at higher moisture contents and for longer periods than had previously been considered practical.

The available data from the United States (Marketing Res. Rep. 178, U. S. D. A.) where aeration is widely used, concerns the problems associated with grain harvested at moisture contents of about 13.0 p. 100 but a much higher temperatures than experienced here. Much of the information from Europe refers to factors involved in the storage of barley which is normally harvested at lower moisture contents than in Ireland. There is little information on the variation in the quality of milling wheat stored under such conditions.

Spontaneous heating is the major problem in the storage of high moisture grain. This may be caused by respiration, mould growth or insect infestation. In the case of dried grain, it can be due to a redistribution of moisture and heat after high temperature drying. Respiration and mould growth are accompanied by the production of carbon dioxide, water and heat, resulting in dry matter loss which can be of economic importance when storage is prolonged.

Moisture and temperature are the two main factors to be considered in safe storage. At higher moisture contents, the heat developed by respiration will be sufficient to cause a significant rise in temperature, which, if not controlled, will rapidly cause spoilage. Heat developed in a bulk of grain will set up convection currents by temperature differential and this will cause moisture migration from warmer to cooler zones where condensation will occur, producing a sharp increase in grain moisture. The movement of moisture and heat can be considerable.

EXPERIMENTAL

The basic engineering data required for the design of ventilation systems has been known for at least a decade but their application to particular problems can be complicated by many factors. These would include environment, type of grain to be stored, length of storage and ultimate use of the grain. In our experimental work, weld-mesh hessian units, steel bins and flat stores were investigated. Trials were carried out with pressure and suction systems and with air quantities ranging from 25 c.f.m down to less than 2 c.f.m per tonne. The data presented were obtained on grain in commercial units varying in size from 25 to 2 500 tonnes.

It was necessary to study the variation in quality of both wheat and barley at moisture contents of 22 p. 100 or higher which are not unusual under irish conditions. Aeration systems, if they are to be successful, must be capable of dealing with grain having moisture contents in this range.

Barley. Experiment 1

The first tests were carried out in weld-mesh hessian units illustrated in figure 1. These units were fitted with a central aeration tube on which a 3/4 HP axial fan was mounted. Air was drawn through the hessian-lined sides of the silos and from the surface of the grain to the central cylinder and then blown to atmosphere. The quantity of air used in these early tests was in excess of 20 c.f.m per ton.

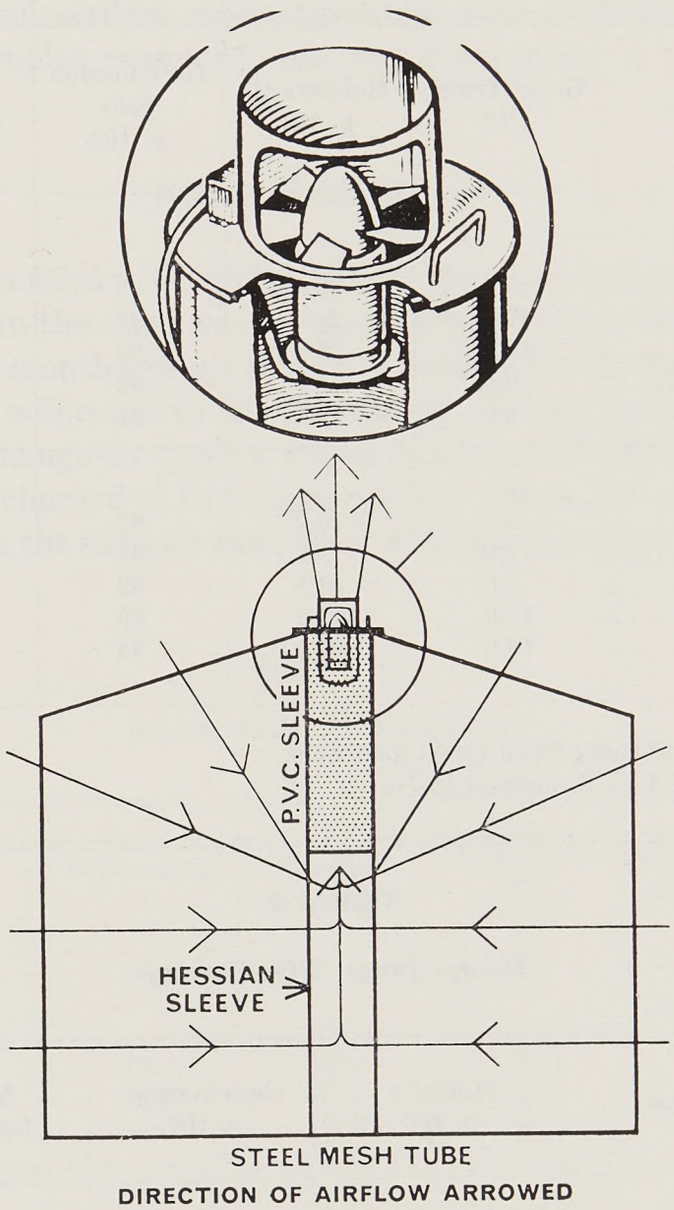


FIG. 1

One of these units, with a capacity of 25 tons of grain, was filled with undried barley, moisture content 23,0 on August 29, 1969 and ventilated continuously for about 14 days. The grain temperature was reduced to 15°C during September and to 8°C by the end of October. Moisture content was reduced to 20.5 p. 100 during the first 3 weeks of storage and then decreased slowly to a final figure of 18. 2 p. 100. The bin was discharged in May 1970 and samples drawn at different levels. There was some evidence of mould in a thin layer of grain about 2 feet below the grain surface where ventilation was inadequate but otherwise the barley was sweet and sound. Moisture contents, mould counts and germination figures over the storage period are given in table 1.

The germination figures remained substantially the same until February and showed a slight drop from then until May. The figure of 85 p. 100 obtained on May 14 indicates that there was little deterioration in feed value over the storage period.

TABLE 1

Undried Barley. 1969 Crop

Date	Grain Temp. (°C)	Moisture (1) p. 100	Germination peat p. 100	Mould (2) colonies/g
1969				
Oct. 3.....	18.0	20.6	93	
— 9.....	19.0	21.4	92	45
Nov. 3.....	14.0	20.2	93	15
— 24.....	8.0	19.6	92	60
Dec. 11.....	8.0	19.1	91	35
1970				
Jan. 1.....	9.0	19.0	92	55
— 25.....	7.0	19.2	91	45
Feb. 16.....	6.0	18.5	92	45
Mar. 9.....	10.0	18.2	89	35
May 14.....	13.0	18.2	85	

(1) Brabender Oven 130°C for 1 hour.
(2) A. A. C. C. method 42-50.

TABLE 2

Storage fungi. Bin discharge

Sample	Moisture p. 100	Germination p. 100	Moulds Colonies/g
Surface.....	17.7	90	100
1 (level)	18.5	65	90
2	22.2	59	130
3	17.7	79	10
4	21.4	89	125
5	18.0	89	140
6	19.8	—	120
7	17.9	84	25
Bottom	17.9	90	85

The mould counts were consistently low for the 6 months up to March. This was confirmed by regular visual inspection. The fungi present consisted mainly of *Aspergillus* and *Penicillium*.

The samples drawn at different levels during the discharge of the unit were checked for moisture germination and mould. The results given in table 2 show that while there was some increase in mould counts over the final 4 - week period, when grain temperature showed a rise of 3°C, the counts were still very low. Germination figures showed a slight fall but were still remarkably high for undried grain after a storage period of 8 months.

The barley was in excellent condition free from taints or off-odours except for the thin layer, already described, where there was some evidence of mould development. Most of the samples examined were free from mites. A trace was, however, found in two samples.

Wheat. Experiment 1

A similar unit was filled with milling wheat, moisture 20.8 p. 100 in late September 1969 and aerated in the same way as the barley. Moisture contents were reduced to 18.7 p. 100 over a 9-month storage period. Samples were drawn at regular intervals during this time and subjected to full laboratory, milling and baking tests. There was no discernable change in quality characteristics or in the appearance of the grain. The silo was discharged in June 1970 and the wheat was accepted as millable. There were no mites in the samples examined. Results are set out in tables 3 and 4.

TABLE 3

Wheat storage. Experiment 1

Date	Grain temp. (°C)	Moisture p. 100	Germination peat p. 100	Mould counts colonies/g
1969				
Oct. 15.....	19.0	19.8	70	0
Nov. 3.....	15.0	19.5	63	5
Nov. 24.....	8.0	18.9	64	5
1970				
Jan. 3.....	7.0	18.9	64	0
— 25.....	8.0	19.1	64	5
Feb. 15.....	3.0	18.9	62	0
Mar. 29.....	10.0	18.6	68	0

The unit was ventilated continuously for 14 days until the temperature dropped to 16°C and then at regular intervals for the remainder of the storage period. It is not sufficient to reduce the temperature to what is considered a safe level and then aerate as required to maintain this level. It is necessary to aerate at regular intervals, depending on moisture content, to prevent mould development and a consequent increase in respiration rate.

The mould counts given in table 3 are low, indicating that the system was under control. This was confirmed by the presence of *Alternaria* several months after harvest. The storage fungi present were *Aspergillus* and *Penicillium*.

Germination was not as good as for the barley, but there was no reduction in germinative capacity from October 15 until the test was terminated in May 1970.

TABLE 4

Wheat storage. Experiment 1. Milling and baking results

Date	Extract (1) p. 100	Flour (2) colour	Falling No.	Maltose p. 100	Starch damage	Protein p. 100	Sed. value	Loaf vol.	Bread score
1969									
Oct. 14 ...	74.3	2.0	360	1.1		9.3	30	2 555	8.9
— 27 ...	75.5	2.7	398	1.3	6.4	9.3	28	2 610	9.6
Nov. 24 ...	76.1	2.6	359	1.3	7.1	9.1	27	2 575	9.5
1970									
Jan. 3 ...	72.3	2.0	404	1.4	8.1	8.8	26	2 445	9.2 9.4
— 25 ...	74.3	2.6	352	1.3	8.4	9.3	28	2 665	8.8
Feb. 15 ...	74.4	2.7	366	1.3	8.3	9.0	27	2 685	9.2
Mar. 29 ...	75.3	3.4	336	1.4	10.4	9.0	28	3 005	

(1) Extract: yield of flour calulated on products.
(2) Flour colour: Kent-Jones and Martin colour grader.

The figures given in table 4 show clearly that storage conditions had little influence on quality characteristics.

It is significant that there was no drop in flour colour until the end of March, seven months after the start of the test. There was a progressive increase in starch damage using a standardised milling technique, indicating some change in character. The overall increase was however relatively small. Sedimentation values and the quality of the glutens (not reported) showed that there was no change in protein quality over the period. This is reflected in the baking results. The figures for loaf volume and bread score are remarkably uniform when the interval between the first and the final baking is considered.

Wheat. Experiment 2

A steel silo, also with a capacity of 25 tons, and fitted with bottom ventilation, was filled with wheat, moisture content 21.2 p. 100 on October 2, 1969. The ventilation rate here, however, was less than 3 c.f.m. per ton. The grain was maintained in sound condition until December when there was a sharp drop in quality. The glutens became weak and brittle and there was a drop in both the volume and quality of the

bread produced. There was a progressive rise in mould counts over the storage period and when the experiment was terminated in January 1970, the grain was badly infested with mites. The laboratory test results are given in tables 5 and 6.

The results obtained on these relatively small units were confirmed by further investigational work in commercial storages, where the quantity of grain stored in single units was 500-2 000 tonne.

TABLE 5

Wheat storage. Experiment 2

Date	Grain temp. (C)	Moisture p. 100	Mould count colonies/g
1969			
Oct. 27	17.0	20.0	5
Nov. 18	8.0	19.5	15
— 24	9.0	19.2	45
Dec. 12	8.0	19.5	—
1970			
Jan. 1	8.0	19.3	35
— 27	10.0	19.8	80

TABLE 6

Wheat. Experiment 2. Milling and baking results

Date	Extract p. 100	Flour colour	Falling No.	Maltose p. 100	Starch damage	Protein p. 100	Sed. value	Loaf vol.	Bread score
1969									
Oct. 27	74.6	2.3	264	1.2		9.0	29	2 510	9.3
— 24	76.9	3.7	250	1.4	7.2	9.6	32	2 620	9.5
Dec. 12	76.4	3.7	253	1.3	7.7	10.0	32	2 690	9.8
1970									
Jan. 1	72.1	3.0	255	1.5	8.0	9.8	32	2 395	8.8
— 27	73.5	3.9	252	1.4	8.6	10.1	33	2 540	8.5

Systems at present working in Ireland cover a wide range of air quantities from 25 c.f.m. down to less than 2 c.f.m. per tonne. The very low quantities present serious problems in the storage of both undried and dried grain. The american recommendation of 5 c.f.m. per tonne is satisfactory for grain dried to a moisture content of 15,0 p. 100 or lower but for undried grain 10 — 15 c.f.m. per tonne is required.

Barley. 1971 crop

Undried barley from the 1971 harvest was held, under ventilated conditions, in a single 2 500 ton unit for a period of six months prior to processing. The store was 35 m long and it was necessary to reduce the duct diameter from 375 mm at the fan side to 250 mm at 35 m to ensure a uniforme distribution of air along the duct. The distance between ducts was approximately 3 m which gave an adequate but slightly reduced air flow between ducts. The grain was loaded directly into store from the combine harvesters at a temperature of 26-28°C and with an average moisture content of 20.0 p. 100.

The system was designed for level loading but the store was in fact peak loaded to a height of 8 m in the centre reducing to 5 m at the side walls. This gave a considerable increase in storage capacity, but it also reduced the quantity of air passing through grain in the center of the store. The average measured air quantity was 9 c.f.m. per tonne with a variation of 8 to 12 over the grain surface. Each line of ducting was provided with an individual fan giving a flexible system easily controlled.

Operation

The fans were run continuously for 14 days after loading or until the temperature was reduced below 15°C. Aeration was then continued at regular intervals to preserve a balance between grain and air temperature and maintain the grain in sound condition.

TABLE 7

Mould counts

Sample	Colonies/g	Type
1. Average	30	*Mucor*
2. Peak loading (low air volume)	500	*Penicillium*

There was no deterioration in quality over the storage period and the grain was processed directly into animal feeding stuffs in January 1972. The moisture content was gradually reduced and at the end of the storage period the figure was 17.2 p. 100. Air distribution showed some variation across the store due mainly to uneven loading. Samples were taken at high and low grain levels, towards the end of the storage period, to check for variation in quality. The mould counts given in table 7 were higher for the samples drawn from the peaks, where air circulation was reduced, but even here the figure would be considered low. There was no visible evidence of mould in any part of the store and the grain had excellent colour. Temperatures were reduced to 6°C by mid-November and maintained at this level until the grain was processed.

In a year when damage by insect pests was widespred, there was no infestation in this store. The mite population was held at a very low level and it was difficult to find evidence of contamination.

Barley. 1972 crop

Aeration systems for irish conditions should be capable of dealing with grain at moisture contents of 22.0 p. 100 and higher. It was not possible to evaluate the system at this level in 1971 as moisture contents rarely exceeded 20.0 p. 100. In 1972 however, moisture contents were considerably higher and two 500 tonne steel bins were filled with barley at a moisture content of 21-23 p. 100. The depth of grain in the bin was 7 m. Each bin was bottom ventilated and suction fans gave a ventilation rate of about 10 c.f.m. per tonne. The bins were ventilated continuously for a period of 10 days when the grain temperature dropped from 28°C to 10°C. At this stage, the programme was changed to give 12 hours aeration per day, from 10 to 23 hours. This system achieved a noticeable drying effect as ambient temperatures were high and relative humidity very low for that time of year. There was a considerable drop in air temperature each day at 20 hours which gave a cooling time of 3 jours in each aeration period. In this way, it was possible to hold the grain temperature at 13°C which was 3-4°C below ambient. One unit was discharged in mid-November 1972 and the second will be held until March 1973. Quality was excellent and there was no evidence of deterioration over the storage period. The grain had a bright appearance and was free from insect and mite infestation. The results of laboratory evaluation are set out in table 8.

TABLE 8

Peroxide values

Sample	Fat p. 100	Free fatty acid p. 100	Peroxide value
Sept. 1	3.4	13.1	8.8
— 2	3.0	11.2	15.2
Oct. 3	2.5	16.3	18.8
— 4	2.8	13.4	16.1
Nov. 5	2.9	14.6	24.0
— 6	2.7	14.9	24.2
Dec. 7	2.5	15.6	29.2
— 8	2.5	16.1	23.7
Jan. 9	2.6	15.6	27.9

DISCUSSION

The data presented show that the storage life of undried grain, harvested at moisture contents of up to 23 p. 100 can be effectively increased by low-volume ventilation. It has been possible to store such grain for extended periods without alteration in quality characteristics or loss in nutritive value. The systems described have been capable of reducing grain moisture content from 22-23 p. 100 to about 18 p. 100 and inhibiting mould development at this moisture content. Intelligent operation of these aeration system can achieve a temperature equilibrium with the surroundings which will prevent moisture migration and control respiration.

The control of grain temperature is basic and the air quantities used must be sufficient to remove the heat produced in high moisture grain by the initial respiration. The system must be designed for the rapid removal of any heat generated without causing significant moisture migration.

The critical temperature for grain is 15°C. Below this temperature, insect reproduction stops or nearly stops and if it drops to 5°C for any length of time many insects die. Mites can breed down to 5°C, but at this temperature their life cycle is greatly extended and infestation is kept at a low level. Our work indicates that maintenance of low temperatures is not in itself sufficient to prevent an increase in the mite population and the development of off-odours. To achieve this, it is necessary to change the environment frequently by regular ventilation over the entire storage period.

Aeration systems are flexible and can be adapted to meet the changing situations that are part of the grain trade. The quantity of air used will depend on circumstances and systems must therefore be designed for particular situations. Very low volumes of 2 c.f.m. or less can give rise to serious difficulties and are generally unsuitable for irish conditions. In our experience, the movement of the cooling front in such systems is too slow to prevent spoilage and in some installations moisture migration has been a problem.

APPENDIX I

	Mean daily R. H. p. 100		Mean daily temp. °C	
	September	October	September	October
1		73		15.0
2		82		18.0
3		88		19,0
4		88		17.0
5		97		17.0
6		80		17.0
7		77		16.0
8		83		21.0
9		90		18.5
10		83		18.0
11	73	78		19.0
12	76	85	17.5	15.0
13	91	83	15.5	15.0
14	85	75	14.5	17.0
15	90	75	15.0	18.0
16	97	90	14.0	16.0
17	78	88	15.0	17.0
18	80	87	17.0	16.5
19	83	94	17.5	15.0
20	82	98	19.0	12.5
21	72	97	21.0	14.0
22	75	96	16.0	15.0
23	74	78	21.0	16.0
24	72	72	18.5	14.5
25	70	96	16.5	15.0
26	80	92	17.5	16.0
27	70	87	15.5	15.0
28	76	84	15.5	15.0
29	71		13.0	
30	75		14.0	

RÉSUMÉ

INFLUENCE DES CONDITIONS DE CONSERVATION SUR LES QUALITÉS DU BLÉ ET DE L'ORGE

Les résultats présentés dans cet exposé montrent que du grain peut être stocké, s'il est ventilé, pendant des périodes assez longues sans que ses qualités soient altérées de façon notable.

Du blé et de l'orge, ayant une teneur en eau se situant entre 20 et 22 p. 100, ont été stockés pendant des périodes de 6 à 9 mois pendant lesquelles leurs qualités ont été contrôlées à intervalles réguliers. L'examen des grains a montré qu'il n'y avait pas d'accroissement significatif de la population d'acariens au cours du stockage, et que le nombre de moisissures était pratiquement le même à la fin de l'expérience qu'après la récolte.

Au cours de ce stockage, il n'y a pas eu formation d'odeurs anormales. De même, les pertes en matière sèche se sont maintenues à un niveau acceptable.

ZUSAMMENFASSUNG

DER EINFLUSS VON LAGERBEDINGUNGEN AUF DIE QUALITÄTSMERKMALE VON WEIZEN UND GERSTE

Die in diesem Bericht vorgelegten Ergebnisse zeigen, dass Korn unter ventilierten Bedingungen über längere Zeiträume hinweg ohne bedeutende Veränderungen der Qualitätsmerkmale gelagert werden kann. Weizen und Gerste mit einem Feuchtigkeitsgehalt von 20,0 bis 22,0 p. 100 wurden über Zeiträume von 6 bis 9 Monaten gelagert, und die Qualitätsmerkmale in regelmässigen Abständen überprüft. Bei der Untersuchung des Korns zeigte es sich, dass während der Lagerperiode kein sonderliches Anwachsen der Milbenbevölkerung zu verzeichnen war, und Schimmelpilzzählung brachten bei Abschluss der Versuche nahezu die gleichen Ergebnisse als nach der Ernte. Die Entwicklung von Verfärbungen und unangenehmer Gerüche wurde in Grenzen gehalten, und auch die Trockensubstanzverluste bewegten sich in einem vertretbaren Rahmen.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (4), 851-859.

TROCKNUNGSBEDINGUNGEN UND DIE VERARBEITUNGSEIGENSCHAFTEN VON ROGGEN

D. WEIPERT

Bundesforschungsanstalt für Getreideverarbeitung,
Seestrasse 1,
1 Berlin 65 (R. F. A.)

ZUSAMMENFASSUNG

Der Klimaverlauf in West-Europa und die Mähdrusch-Erntetechnik machen es notwendig, das geerntete Getreide — besonders das für die Herstellung von Brot — oftmals vor der Einlagerung zu trocknen. Die Trocknung des feuchten Getreides vor der Einlagerung und die Vorbereitung des Getreides vor der Vermahlung sind hydrothermische Prozesse, in denen der Verarbeitungswert des Getreides in Abhängigkeit von den Behandlungsbedingungen beeinflusst wird.

Im vorgesehenen Referat ist beabsichtigt worden, über die Mahl-und Backergebnisse eines Trocknungs-und Konditionierungsversuches mit Roggen zu berichten und diese mit den Veränderungen an einzelnen Korninhaltsstoffen zu deuten. Zuletzt wurden noch die Aussagen einiger Methoden zur Erkennung der Hitzeschädigung untereinander und mit der Veränderung der Korninhaltsstoffe korrelativ ausgewertet.

I. — EINLEITUNG UND PROBLEMSTELLUNG

Der Klimaverlauf in West-Europa und die Mähdrusch-Erntetechnik bewirken, dass das geerntete Getreide seiner Feuchtigkeit wegen im allgemeinen nicht lagerfest ist. Ein solches Getreide muss, besonders wenn es als Qualitätsgetreide weiter verarbeitet werden soll, getrocknet werden. Die Trocknung des feuchten Getreides ist ein hydrothermischer Prozess, in dem je nach der Konstruktion der Trocknungsanlage und den Trocknungsbedingungen (Kornfeuchtigkeit, Trocknungstemperatur und-zeit) Veränderungen im Korn hervorgerufen werden, die sich im mahl-und

backtechnischen Sinne günstig oder ungünstig auswirken können. Diese Zusammenhänge sind beim Weizen weitgehend geklärt, worden ; beim Roggen findet man darüber nur wenige Angaben (MATHIES, 1961 ; BRÜCKNER, 1964). Für den Roggen erhebt sich in diesem Zusammenhang eine spezielle Fragenstellung, die in der Bedeutung der Schleimstoffe und der Veränderung ihrer Eigenschaften als eine Folge der Wärmebehandlung sowohl für die Mahl — als auch für die Backeigenschaften des Roggens liegt.

An Hand eines Modellversuches mit Roggen guter Verarbeitungseigenschaften wurde versucht, den Einfluss der steigenden Trocknungstemperaturen auf die Mahl- und Backeigenschaften von Roggen festzuhalten und auf die Zusammenhänge zwischen den festgestellten Veränderungen im Korn und seinem Verarbeitungswert hinzuweisen. Über diese Ergebnisse ist bereits ausführlich berichtet worden (WEIPERT, 1970 *a*, 1970 *b*, 1971).

II. — MATERIAL UND METHODIK

Als Versuchsmaterial wurde Roggen mehrerer Erntejahre frisch vom Mähdrusch verwendet, der auf die gewünschte Kornfeuchtigkeit (20-25 p. 100) aufgenetzt eine Stunde bei gewählter Temperatur (40-65°C) im MIAG-Laborvorbereiter getrocknet wurde. Das Trocknungsschema ist weiterhin jeweils um eine Dampfbehandlung (Dampf, 1 Min. ; Einwirkungszeit, 2 Min.) in Anlehnung an die Dampfkonditionierung erweitert worden. Die Anwendung von Dampf bewirkte einerseits durch die Kondensation eine verminderte Wasserabgabe aus dem Korn und erhöhte die Korntemperatur in den ersten Behandlungsminuten kurzfristig durchschnittlich um 10-15°C.

Die Untersuchungen am behandelten Material schlossen die Untersuchungen am Ganzkorn, die Vermahlung und die Backversuche nach Standard-Methoden ein. Aus der Vielzahl der Ergebnisse werden hier nur einige dargestellt.

III. — ERGEBNISSE UND DISKUSSION

Die steigenden Trocknungstemperaturen führten, wie bereits erwartet, zu einschneidenden Veränderungen im Korn, die einerseits mit der Schädigung und Zerstörung des Enzymkomplexes und andererseits durch den Rückgang der Löslichkeit der Korninhaltsstoffe angezeigt wurden. Im einzelnen bewirkten die höheren Korntemperaturen (über 50° bzw. 60°C) und die Dampfbehandlung, insbesondere bei höher genetztem Roggen, eine deutliche Abnahme der Keimfähigkeit und eine Reduzierung der Aktivitäten der Glutaminsäuredecarboxylase (GDC) und α-Amylase sowie eine Abnahme der Maltosezahlen. Hier betrug der Rückgang der löslichen Anteile bei Pentosan 4 p. 100 (von 20 auf 16 p. 100) und bei Protein von etwa 40 auf unter 20 p. 100 des Gesamtgehaltes dieser Stoffe (Abb. 1).

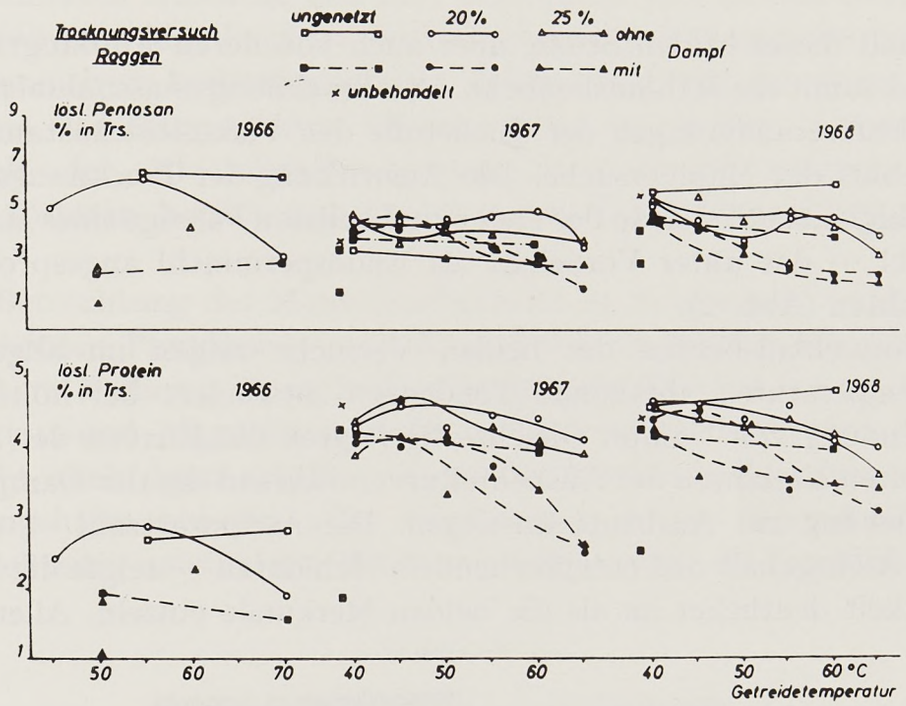

Trocknungsversuch
Roggen
ungenetzt
20%
25%
ohne
mit
Dampf
× unbehandelt
lösl. Pentosan
% in Trs.
1966
1967
1968
lösl. Protein
% in Trs.
Getreidetemperatur

Abb. 1

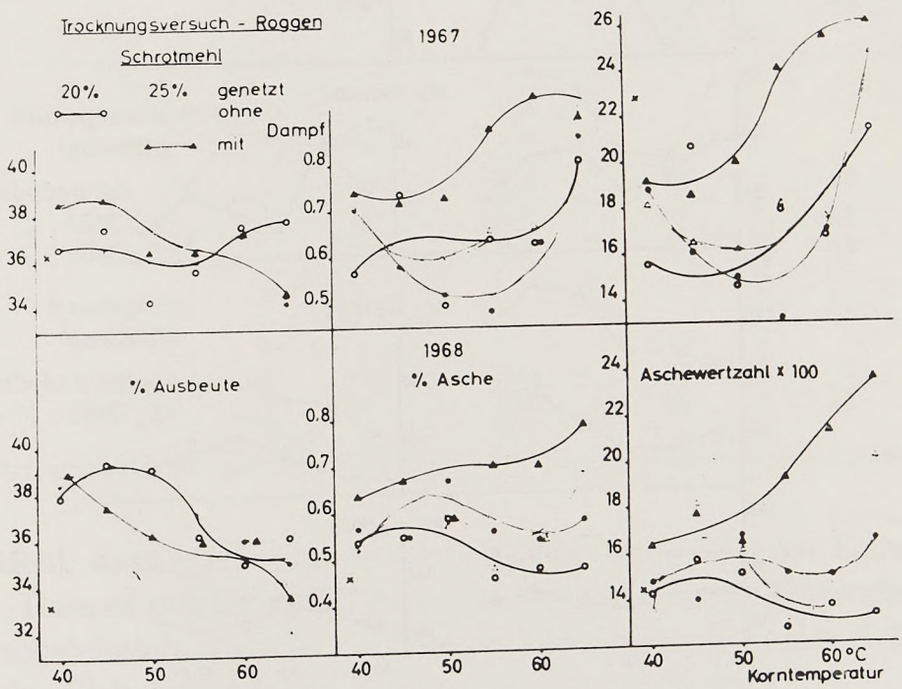

Trocknungsversuch - Roggen
Schrotmehl
20%
25%
genetzt
ohne
mit
Dampf
1967
1968
% Ausbeute
% Asche
Aschewertzahl x 100
Korntemperatur

Abb. 2

Allerdings stellten sich die niedrigeren und mittleren Korntemperaturen ohne Dampfbehandlung als Optimalbereich für die Enzymtätigkeit heraus. Davon zeugt nicht alleine die erhöhte Aktivität der GDC, sondern auch die, durch die Aktivität der Proteinasen und Pentosanasen erhöhten Gehalte an löslichem Protein und Pentosan.

Vom Gehalt dieser beiden Stoffe, aber auch von deren Aufbaugrad, hängt die Kornhärte und somit die Mehlausbeute ab. Die Trocknungsmassnahmen beeinflussen über die Strukturveränderungen der Quellstoffe den Viskositätszustand des Kornes und das Ergebnis der Mahlversuche. Die Auswirkung der Trocknungsmassnahmen auf die Mahlfähigkeit lässt sich an der ersten und hellsten Passage eines Mahlversuches, am Schrotmehl — das unter Vorbehalt als Endospermmehl angesprochen werden darf — betrachten (Abb. 2).

Die Schrotmehlausbeuten der beiden Versuche zeigen im allgemeinen mit steigenden Temperaturen abfallende Tendenzen, besonders bei höherer Netzung und bei Anwendung von Dampf. Gleichzeitig folgten die Kurven der Aschegehalte der ungedämpften Varianten der Ausbeutekurve, während die der Dampfanwendung in keiner Beziehung zur Ausbeute anstiegen. Die Aschewertzahl — ein Quotient zwischen dem Aschegehalt und entsprechendem Mehlanfall — zeigte die Veränderung der Mahlfähigkeit deutlicher an als die beiden Merkmale einzeln. Allerdings wurde

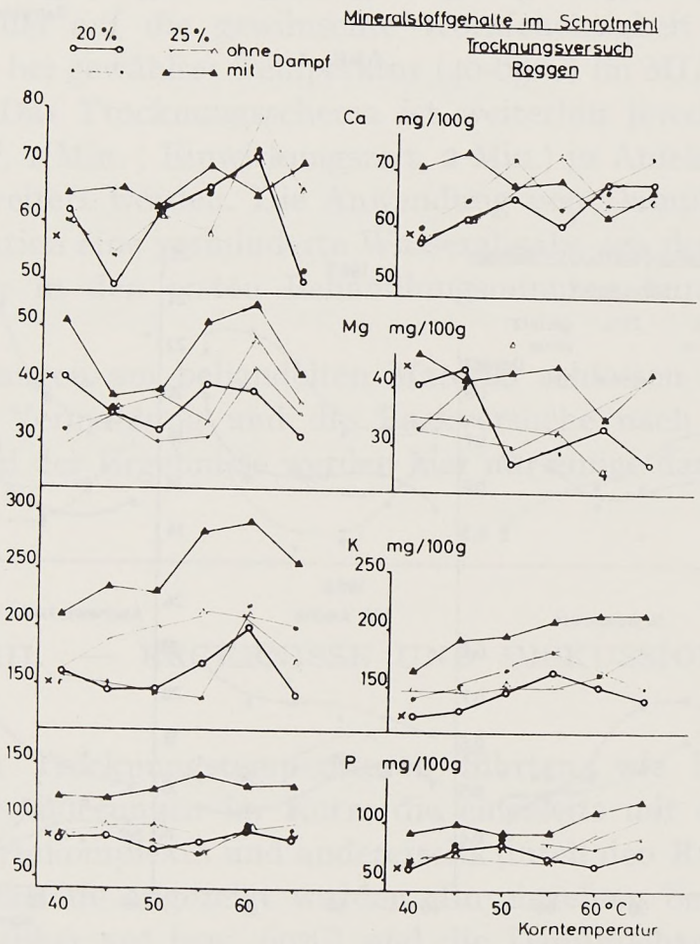


Abb. 3

im niedrigen Temperaturbereich 45-50°C und niedriger Kornfeuchtigkeit eine Verbesserung der Mahlfähigkeit festgestellt. Diese Verbesserung fiel in den selben Temperaturbereich, in dem die Löslichkeit der Quellstoffe. Pentosan und Protein,

ihr Optimum erreichte und ist somit als Konditionierungseffekt im Sinne von « mürbe machen » des Endosperms anzusehen. Demzufolge hätte die Verschlechterung der Mahlfähigkeit unter den Bedingungen der höheren Temperaturen und Netzung und besonders der Dampfanwendung ihre Ursache in der Kornstrukturveränderung, die zur verminderten Ausbeute und zum Einmahlen von aschereichen Kornpartien in das Mehl führten. Allerdings ist die Erhöhung der Aschegehalte und Aschewertzahlen bei intensiver hydrothermischer Behandlung viel zu gross, um mit den Veränderungen der Kornstruktur alleine erklärt zu werden. Vielmehr muss hier die Möglichkeit der Mineralstoffwanderung in Betracht gezogen werden, die von einigen Autoren bereits untersucht wurde (Literaturangaben bei WEIPERT, 1970 *b*).

Bei der Betrachtung der Mineralstoffgehalte im Schrotmehl (Abb. 3) fallen die wesentlich erhöhten Phosphor — und Kaligehalte der Reihen mit erhöhten Aschegehalten (höhere Netzung, Dampfbehandlung) auf, während ein solches Verhalten für die Kalzium-und Magnesiumgehalte nicht beobachtet werden konnte. Diese Aussage bleibt auch dann erhalten, wenn die Mineralstoffmengen prozentual auf die Ganzkorngehalte bezogen oder anteilmässig in der Gesamtasche betrachtet wurden. Gleichzeitig zeigten die Rohfasergehalte sowie die Auszählung der Aleu-

TABELLE I

Mineralstoffgehalte der Endospermmehle aus unterschiedlich behandeltem Roggen der Ernte 1967

	mg/100 g			
	P	K	Ca	Mg
Endospermmehle (gebohrt)				
Unbehandelt	64	163	13	47
25 % ; 45°C ; —	78	173	18	44
25 % ; 60°C ; D.....	120	300	22	43
Endosperm (geschält)				
Unbehandelt	53	100	16	42
25 % ; 60°C ; D.....	120	299	19	56

ronzellen im Mehl, dass hierbei keine Einmahlung der peripheren Kornpartien stattgefunden hat. Dass es sich tatsächlich um eine Verlagerung der Mineralstoffe handelt, beweist die nachstehende Tabelle 1, in der die Mineralstoffgehalte der Endospermmehle unterschiedlich behandelter Roggen widergegeben sind.

Die durch Anbohren des durchgeschnittenen Roggenkornes oder durch Abschneiden der Schalenpartien des Roggenkornes mittels eines Skalpells gewonnenen Endospermmehle zeichnen sich ebenso wie die ermahlenen Schrotmehle durch hohe Phosphor-und Kaligehalte aus. Da hier ein Einmahlen der aschereichen Kornpartien ausgeschlossen ist, halten wir diese Ascheanreicherung der Endospermmehle

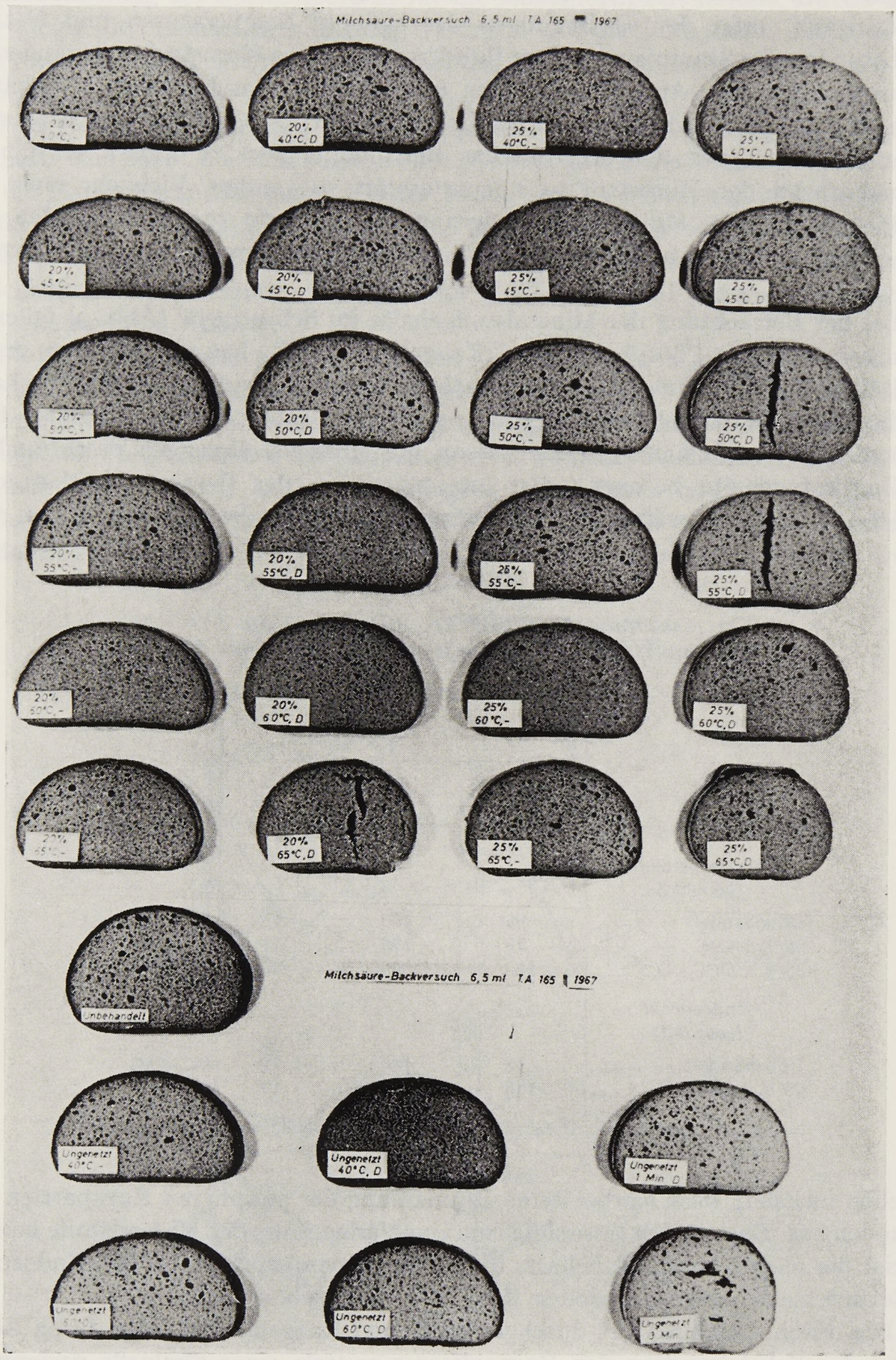

Milchsäure-Backversuch 6,5 ml TA 165 1967
20% 40°C, D
25% 40°C, -
25% 40°C, D
20% 45°C, D
25% 45°C, -
25% 45°C, D
20% 50°C, D
25% 50°C, -
25% 50°C, D
20% 55°C, D
25% 55°C, -
25% 55°C, D
20% 60°C, D
25% 60°C, -
25% 60°C, D
20% 65°C, D
25% 65°C, -
25% 65°C, D
Milchsäure-Backversuch 6,5 ml TA 165 1967
Unbehandelt
Ungenetzt 40°C, -
Ungenetzt 40°C, D
Ungenetzt 1 Min. D
Ungenetzt 60°C, D
Ungenetzt 3 Min. D

ABB. 4

als Folge der Migration der Mineralstoffe, wie sie von einigen anderen Autoren bereits beschrieben worden ist. An der Migration nehmen die leicht löslichen und daher beweglichen Aschekomponenten Phosphor und Kali in grösserem Umfang teil als Kalzium und Magnesium, die in unbeweglichen, fest gebundenen Formen im Korn vorzuliegen scheinen.

Die bereits beschriebenen Auswirkungen der Trocknungsbedingungen auf den Enzymkomplex und auf die Strukturveränderungen im Korn spiegelten sich auch in den Ergebnissen der Backversuche wider (Abb. 4). Auch hier bewirkten die höheren Temperaturen besonders bei der höheren Netzungsstufe und Anwendung von Dampf starke Beeinträchtigung und Schädigung der Backgähigkeit der behandelten Roggen, während die niedrigen und mittleren das Volumen und das Aussehen der Brote verbessern oder zumindest nicht negativ beeinflussen. Die Verbesserung der Backeigenschaften liegt bei diesem enzymarmen und gut aufgebauten Roggen (hohe Fallzahlen und Amylogrammdaten) in der Anregung der Enzymaktivität in dem Temperaturoptimalbereich um 40-50°C, die zum Abbau der hochviskosen Verhältnisse im Teig und somit zur verbesserten Lockerung und Volumenausbeute der Gebäcke führten. Als Ergebnis dieser Trocknungsversuche können gewisse, nicht allgemein gültige Empfehlungen für die Praxis hinsichtlich der kritischen Temperatur gegeben werden. Die Anwendung von schonenden Korntemperaturen in der Roggentrocknung, wie auch von anderen Autoren empfohlen, wird bestätigt. Darüber hinaus wurde auf die Beziehung zwischen Kornfeuchtigkeit und Trocknungstemperatur hingewiesen und festgestellt, dass bei 20 p. 100 Kornfeuchte eine Beeinträchtigung der Keimfähigkeit bei 60°C und bei 25 p. 100 bereits bei 50°C Korntemperatur stattfindet. Die Optimalbereiche der Mahlfähigkeit lagen bereits im Temperaturbereich von 40-45 bzw. 45-50°C, die Beeinträchtigung der Backfähigkeit fand bei 50 bzw. 60°C statt. Unter Anwendung von Dampf konnten einige Konditionierungseffekte erreicht werden, wenn der Temperaturschwellenwert von 50°C nicht überschritten wurde.

Die beobachteten Verschiebungen der kritischen Temperatur von etwa 10°C sind auf unterschiedliche Qualitätsmerkmale der hier untersuchten Roggen zurückzuführen. Bei einem enzymreicheren und weniger gut aufgebauten Roggen als bei dem hier beschriebenen wird die Verschiebung der Trocknungstemperaturen zum Zwecke der Verbesserung seines Verarbeitungswertes grösser, und bei auswuchsgeschädigtem wird von Fall zu Fall entschieden werden müssen, ob die Trocknungsmassnahmen einen Erfolg versprechen und finanziell rechtfertigen wird. Über die Behandlung der auswuchsgeschädigten Roggen sind noch Untersuchungen im Gange.

Die Kontrolle der Trocknung und die Erkennung von Hitzeschäden wird in erster Linie über die Bestimmung der Keimfähigkeit durchgeführt. In der letzten Zeit sind auch einige andere Methoden, unter anderem solche, die auf der Bestimmung der Enzymaktivität oder der Löslichkeit einiger Korninhaltsstoffe basieren, zur Erkennung von Hitzeschädigung angewendet worden (Literatur bei WEIPERT, 1971). An dieser Stelle sollen Ergebnisse zweier solcher Untersuchungen, und zwar die Bestimmung der GDC-Aktivität und Trübungsmessung nach HARRISON, DOARKS and GREER (1969) korrelativ mit der Aussage einiger Merkmale der Roggenqualität verglichen werden (tab. 2).

Zwischen den Ergebnissen der Keimfähigkeit, GDC-Aktivität und Trübungs-

messung bestehen enge Korrelationen von über $r = + 0{,}8$, so dass diese Methoden hinsichtlich der Auswirkung der Trocknungsmassnahmen untereinander austauschbar sind. Allerdings differenzierten die GDC-Aktivität und Trübungsmessung auch im Bereich der einheitlich hohen und einheitlich niedrigen Keimfähigkeit, was direkt für die Praxis der Getreideverarbeitung ohne grösseren Belang sein mag.

TABELLE 2

Korrelationskoeffizient nach Bravais

	Ernte		Zusammen $n = 60$
	1967	1968	
	$n = 30$		
Trübungsmessung (nm = 500) zu :			
Keimfähigkeit	+ 0,925	+ 0,885	+ 0,877
GDC-Aktivität	+ 0,893	+ 0,799	+ 0,806
Maltose % i.Tr.	+ 0,738	+ 0,733	+ 0,831
α-Amylaseaktivität			
ICC-Einh.	+ 0,692	+ 0,578	+ 0,306
Lösl. Stoffe % i.Tr.	+ 0,670	+ 0,807	+ 0,750
Lösl. Protein % i.Tr.	+ 0,454	+ 0,791	+ 0,435
Lösl. Pentosan % i.Tr.	+ 0,553	+ 0,800	+ 0,721
Mehlanfall (Schrotmehl)	— 0,032	+ 0,638	+ 0,100
Aschewertzahl	— 0,657	— 0,614	— 0,603
Brotvolumen	+ 0,542	+ 0,662	+ 0,596

Weiterhin zeigen diese Methoden noch zufriedenstellende Korrelationskoeffizienten mit dem Gehalt der löslichen Stoffe (insgesamt und einzeln) sowie mit der Maltose und der α-Amylaseaktivität. Der Verarbeitungswert (Mahl-und Backfähigkeit) ist eine zu komplexe Funktion der Korninhaltsstoffe und deren Zustand, um mit diesen Methoden ausreichend genau erfasst zu werden. Aus diesem Grunde, aber auch dadurch, dass die Aussage der Keimfähigkeit, der GDC-Aktivität und der Trübungsmessung ebenso von der Alterung und den Lagerungsbedingungen beeinflusst wird, kann die Erkennung der Hitzeschädigung mit diesen Methoden erschwert werden. Wird zusätzlich eine Bestimmung der Fettsäurezahl durchgeführt, so kann an Hand der Ergebnisse mit ziemlicher Sicherheit zwischen den Hitze- und Lagerschäden unterschieden werden. Mit diesen schnellen und relativ einfachen Bestimmungen lassen sich die Veränderungen im Gesundheitszustand des Getreides erkennen. Von der Grössenordnung der Messwerte kann auf das Ausmass der Minderungen des Verarbeitungswertes geschlossen und gegebenenfalls genauere Untersuchungen empfohlen werden.

RÉSUMÉ

LES CONDITIONS DE SÉCHAGE DU SEIGLE ET LES CARACTÉRISTIQUES QUI EN RÉSULTENT POUR LA MINOTERIE ET LA PANIFICATION

Les conditions climatiques de l'Ouest européen et la technique de récolte avec une moissonneuse-batteuse rendent souvent nécessaire le séchage des céréales avant leur stockage, en particulier si elles sont destinées à la panification. Le séchage des céréales humides et leur conditionnement avant le broyage sont des procédés hydrothermiques pour lesquels la qualité du produit, considérée du point de vue de l'industrie de transformation, est influencée par les conditions dans lesquelles ont été effectués les traitements.

Le but de l'article est de traiter des résultats de broyage et de panification consécutifs à un essai de séchage et de conditionnement du seigle, et de les définir par rapport aux modifications respectives des éléments contenus dans les grains. On compare enfin les résultats de quelques méthodes de détermination des dommages causés par les chaleurs élevées en relation avec la modification des substances contenues dans les grains.

SUMMARY

MILLING AND BAKING PROPERTIES OF RYE ACCORDING TO DRYING CONDITIONS

The weather conditions in West Europe and the new harvesting technic make the drying of harvested grain — particularly grain for breadmaking — necessary. Drying of the damp grain and its conditioning before milling are hydrothermic processes, in which the handling properties of grain, due to treatment conditions, could be changed.

In this paper, results of milling and baking tests with dried and conditioned rye will be shown and the connection to the changes in properties of matter contained in grain discussed. At last, several methods for heat damage determination will be compared and the correlation between results of those methods and the changes in properties of grain matters mentioned.

LITERATUR

Brückner G., 1964. Weitere Ergebnisse aus Mahlversuchen mit getrocknetem Roggen. *Mühle*, **101**, 762-763 ; 775-776.

Harrison K. R., Doarks P. F., Greer E. N., 1969. Detection of heat damage in dried wheat *Milling*, **151** (7), 37-38.

Matthies D., 1961. Mahlversuche an getrocknetem Roggen. *Mühle*, **98** (46), 599-602.

Weipert D., 1970 *a*. Beeinflussung einiger Qualitätsmerkmale des Roggens durch Trocknungsmabnahmen. *Mühle*, **107**, 424-426 ; 437-439 ; 450.

Weipert D., 1970 *b*. Verteilung der Mineralstoffe im Getreidekorn. Mit. I. Mineralstoffverlagerunss bei der Trocknung un Konditionierung von Roggen. *Getreide und Mehl*, **20**, 81-85

Weipert D., 1971. Ein Beitrag zur Erkennung von Hitzeschäden bei Roggen.. *Dt. Müller-Ztg.*, **69** (23), 500-503.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (4), 861-867.

INFLUENCE DU STADE DE RÉCOLTE ET DE LA TECHNIQUE DE CONSERVATION SUR L'EFFICACITÉ NUTRITIVE DE L'ÉPI ENTIER DE MAÏS POUR LE TAURILLON EN CROISSANCE INTENSIVE

S. Z. ZELTER, Geneviève CHARLET-LÉRY et Michelle DURAND

Laboratoire de Recherches sur la Conservation et l'Efficacité des Aliments, Centre national de Recherches zootechniques, I. N. R. A., 78350 Jouy en Josas (France)

RÉSUMÉ

Des épis entiers de maïs récoltés au stade immature ont été conservés soit par ensilage (silo butyl sous vide), soit par déshydratation (130°C, 60 mn). On a comparé la céréale ainsi conservée à la même céréale récoltée mûre, après déshydratation (100-110°C, 60 mn) ou ventilation (45 jours).

Complétés par de la paille et de l'urée, pour constituer des rations isoénergétiques et isoazotées, ces aliments ont été distribués à des taurillons de 200 kg environ, placés en stalles à bilan, au cours de six expériences (76 animaux). Les tests biologiques utilisés sont les coefficients d'utilisation digestive et de rétention azotée. Dans les deux dernières expériences, on a mesuré en outre le niveau d'ingestion de matière sèche et la croissance des animaux en régime *ad libitum*, durant trois mois.

Lorsque la céréale est déshydratée au lieu d'être ensilée, on constate une nette amélioration des coefficients de rétention et d'utilisation pratique de l'azote. L'amélioration est ici d'environ 50 p. 100.

Un excellent ensilage de maïs se différencie très peu de l'immature déshydraté, les formes mûres déshydratées et surtout ventilées leurs sont néanmoins supérieures.

INTRODUCTION

Pour son stockage, le maïs récolté même parfaitement mûr exige un séchage naturel (cribs) ou artificiel (déshydrateur) en raison de son degré très élevé d'humidité (30-40 p. 100) qui risque de détériorer sérieusement ses propriétés nutritives.

Pour le maïs destiné à l'alimentation animale, l'on peut également recourir à

l'ensilage soit du grain seul, soit de l'épi entier, récoltés au stade mûr ou immature (état cireux vitreux) ; à ce dernier stade, la teneur en eau du produit est encore plus élevée (45-50 p. 100).

Or, l'on connaît encore peu de choses se rapportant à l'incidence des divers traitements de stockage sur la valeur alimentaire de l'épi entier du maïs pour le jeune bovin en production intensive de viande. Afin de nous en informer plus pleinement, nous avons expérimenté avec trois récoltes d'épi entiers de maïs (récoltes 1967, 1968 et 1971) que nous avons cueillis soit au stade immature, soit au stade mûr et que nous avons traités par ensilage, déshydratation artificielle ou par ventilation forcée. Nous avons alimenté des jeunes taurillons normands avec des régimes équilibrés renfermant 85 p. 100 de matière sèche en provenance de ces épis présentés sous ces diverses formes, dont nous avons déterminé la digestibilité de la matière organique et l'efficacité métabolique de l'azote. Sur la troisième récolte (1971) nous avons de plus effectué des tests d'appétibilité et de croissance.

TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

Dispositif de mesure

Pour les mesures de digestibilité et de bilan azoté, nous avons adopté selon le cas le schéma des groupes comparables, celui d'inversion des régimes avec un rationnement égalisé et rajusté au poids métabolique individuel. Ces mesures ont été effectuées en stalles individuelles à bilan durant 10 jours au moins après un mois d'adaptation à chaque régime expérimental.

Les tests d'appétibilité et de croissance, d'une durée de 96 jours, ont été exécutés avec une alimentation *ad libitum* à l'issue des bilans métaboliques après 2 semaines d'adaptation en stalles individuelles au sol sur litière de paille.

Traitement de conservation

L'épi entier de maïs (spathes incluses), variétés *INRA 258* ou *260*, a été récolté le même jour sur la même parcelle, soit immature, soit mûr avec une teneur en matière sèche oscillant entre 49 et 55 p. 100. L'immature destiné à l'ensilage a été haché avec une ensileuse à couteaux, puis broyé dans un broyeur Blitz junior de manière à faire éclater tous les grains. Il a été conservé sans conservateur dans des silos en feuille de butyl sous vide partiel.

Tous les lots destinés à la déshydratation artificielle ont été hachés également à l'ensileuse à couteaux et séchés dans une déshydrateuse à tablier Scolari à une température comprise entre 100 et 110°C. Le temps de passage a varié de 60 à 75 minutes pour le grain et de 45 à 60 minutes pour les spathes. Après séchage, ces lots ont été aussitôt broyés finement avant granulation. Un lot de maïs mûr (1971) a été par ailleurs placé sur une aire de ventilation forcée sur une hauteur de 80 cm et ventilé à air ambiant pendant les 3 premières semaines à air réchauffé (+ 4°C) pendant 3 autres semaines. L'humidité résiduelle étant encore trop élevée (18-19 p. 100) à la fin de cette période, les épis ont été broyés et ventilés pendant trois jours supplémentaires afin de la ramener finalement à 15 p. 100.

Régimes

Pour atteindre l'équilibre azoté nécessaire (110-120 MAD/UF), l'épi de maïs a été supplémenté, soit par de l'urée (20-23 g/kg MS maïs), soit par du tourteau de soja (156 g/kg MS maïs). Dans le cas de l'ensilage, l'urée a été incorporée à la mise en silo et le tourteau de soja a été mélangé à l'auge. Dans celui des maïs séchés, les deux compléments azotés ont été incorporés avant agglomération en bouchons de 7 mm.

La carence en cellulose et en minéraux a été corrigée par addition de paille de blé (8 à 10 p. 100) pour obtenir une teneur en cellulose Weende de 12 p. 100 MS environ et d'un mélange minéral vitaminisé (2,5 p. 100).

RÉSULTATS

Utilisation digestive (tabl. 1)

La richesse en matière organique digestible (MOD/kg MS) des régimes est remarquablement stable d'une récolte à l'autre. Toutefois, de toutes les techniques de conservation expérimentées, celle d'ensilage procure des valeurs régulièrement

TABLEAU I

Effet du stade de maturité et de la technique de conservation sur la teneur en MOD des régimes et sur le CUD de leur cellulose Weende

Régimes	Récolte	Immature		Mûr	
		ensilé	déshydraté	déshydraté	ventilé
g MOD/kg MS	1967	696	672	—	—
	1968	708	670	—	—
	1971	706	674	669	668
CUD cellulose	1967	41	29	—	—
	1968	47	32	—	—
	1971	54	50	42	44

plus élevées d'environ 5 p. 100, cela sans aucun doute en raison de la plus forte digestibilité de la cellulose de l'épi ensilé présenté en brins longs au lieu de particules finement broyées dans les épis déshydratés.

Efficacité azotée

1. *Utilisation azotée de l'épi de maïs supplémenté en urée* (tabl. 2).

Les coefficients de rétention azotée (CR = N retenu/N digéré) et d'utilisation pratique de l'azote (CUP = N retenu/N ingéré) des récoltes 1967 et 1968 du maïs

supplémenté par de l'urée sont très significativement plus faibles (test t P < 0,01) avec le produit ensilé qu'avec le produit déshydraté.

La teneur nettement plus basse en azote soluble (N soluble p. 100 N total) du régime à épis déshydratés, 49 p. 100 contre 71 p. 100 dans l'ensilage, fournit sans doute un élément d'explication de sa meilleure efficacité azotée.

TABLEAU 2

Effet de la technique de conservation sur l'efficacité azotée des épis de maïs supplémentés en urée (± Sm)

Régimes	Récolte	Immature		Mûr	
		ensilé	déshydraté	déshydraté	ventilé
CR	1967	22,7 ± 5,3	39,5 ± 5,7	—	—
	1968	26,2 ± 1,6	35,2 ± 1,0	—	—
	1971	41,5 ± 0,9	38,0 ± 3,3	39,7 ± 1,3	39,8 ± 4,0
CUP	1967	15,2 ± 3,7	26,4 Æ 3,5	—	—
	1968	19,5 ± 1,3	25,6 Æ 0,7	—	—
	1971	28,2 ± 0,3	24,9 Æ 2,3	26,4 ± 0,8	27,0 ± 2,7
N soluble p. 100 N total	1967	62,8	45,2	—	—
	1968	79,0	54,3	—	—
	1971	45,5	45,0	45,2	49,6

La valeur azotée du maïs ensilé + urée de la récolte 1971 est cependant exceptionnellement aussi bonne que celles de toutes les formes du maïs séché, quelle que soit l'année, cela certainement en raison de la concentration de cet ensilage en azote soluble particulièrement basse et du même ordre que celle des maïs déshydratés + urée, c'est-à-dire près de la moitié moindre de celle notée dans les régimes à ensilage des récoltes 1967 et 1968. Cet ensilage se caractérisait également par une dégradation glucidique bien plus faible que ceux des deux récoltes antérieures, ce qui a dû stimuler dans la panse la protéinosynthèse microbienne à partir de l'azote soluble non protéique. D'ailleurs les résultats du bilan azoté (tabl. 2) sont en faveur de cette supposition.

2. *Efficacité azotée comparée de la supplémentation de l'épi de maïs par de l'urée et le tourteau de soja* (tabl. 3).

Les résultats obtenus avec les récoltes 1967 et 1968 (tabl. 3) dont les ensilages étaient particulièrement riches en azote soluble (tabl. 2) montrent que la supplémentation de tels ensilages par de l'urée procure des efficacités azotées très significativement plus faibles (P < 0,01) que la supplémentation par du tourteau de soja, alors que la supplémentation par de l'urée des maïs déshydratés procure des valeurs d'efficacité équivalentes à celles obtenues avec le soja. Dans ce cas, l'urée peut donc parfaitement se substituer au tourteau de soja.

Toutefois, avec un ensilage de maïs de qualité exceptionnelle (récolte 1971),

on peut espérer pour l'urée une valeur azotée comparable à celle qu'elle assure avec la forme déshydratée comme le montrent les résultats de la récolte 1971, valeur quasiment identique à celle procurée par le tourteau de soja dans les essais 1967 et 1968 avec l'épi aussi bien ensilé que déshydraté (tabl. 3).

TABLEAU 3

Effet de la technique de conservation d'épis de maïs immature sur l'efficacité de la source azotée de supplémentation

(Moyenne récoltes 1967-1968)

Régimes	Ensilé		Déshydraté	
	urée	T. soja	urée	T. soja
N soluble p. 100 N total	71,0	29,0	50,0	13,0
CR	24,5 (1)	37,7	37,3	37,4
CUP	17,3 (1)	26,8	26,0	25,5

(1) Significativement des 3 autres au seuil 0,01 (test *t*).

Appétibilité et croissance (tabl. 4)

L'appétibilité de l'épi de maïs sous ces diverses formes de présentation est bonne. Celle du ventilé est néanmoins significativement meilleure par rapport à l'ensilé : la quantité de matière sèche ingérée par 100 kg de poids vif est de 16 p. 100 plus forte

TABLEAU 4

Effet de la technique de conservation (récolte 1971) *sur l'appétibilité et la croissance*

(Moyenne ± Sm ; 5 animaux par lot, 96 jours)

Régimes	Immature		Mûr	
	ensilé	déshydraté	déshydraté	ventilé
Poids initial (kg)	291	297	301	294
Poids final (kg)	411	434	444	451
MS ing./100 kg poids vif	1,96	2,11	2,19	2,33
Gain g/jour	1 309 ± 103	1 489 ± 36	1 554 ± 107	1 715 ± 87
IC kg MS ing./kg gain	5,4 ± 0,5	5,2 ± 0,1	5,3 ± 0,3	5,1 ± 0,3

avec le produit ventilé. D'après le critère niveau d'ingestion de matière sèche *ad libitum*, l'appétibilité des diverses formes de présentation se classe dans l'ordre croissant suivant : ensilé < déshydraté < ventilé ; le déshydraté est supérieur à l'ensilé quel que soit le stade de récolte (immature ou mûr).

La croissance réalisée pendant les 96 jours de mesure dans la séquence de poids vif de 291, 301 à 411, 451 kg fait également ressortir la supériorité de l'épi ventilé : le gain quotidien est de 1 715 g dans le lot consommant ce produit contre 1 309 g seulement dans celui à l'aliment ensilé, soit une différence de + 31 p. 100 en faveur du premier, associée à une dépense alimentaire plus faible. Les deux autres formes de présentation sont également supérieures à l'ensilage, mais légèrement inférieures (— 11 p. 100 du gain de poids) au ventilé. La meilleure performance de croissance procurée par ce dernier paraît en tout premier lieu s'expliquer par son appétibilité nettement meilleure. Par contre, il ne semble pas que le stade de récolte (forme déshydratée) exerce une influence quelconque sur la croissance, les gains de poids étant similaires avec les deux régimes.

CONCLUSION

L'épi entier de maïs immature ou mûr conservé par ensilage ou déshydraté peut constituer l'aliment énergétique exclusif de production intensive de viande bovine. Sa valeur alimentaire est d'environ 0,84 pour l'ensilage et de 0,78 pour le déshydraté UF/kg MS. Corrigé d'une manière appropriée en matières azotées par de l'urée (20-23 g d'urée/kg de matière sèche d'épi entier), en cellulose par de la paille de céréale (8-10 p. 100 de paille de blé par exemple) et en minéraux par un complément minéral vitaminisé adéquat (2,5 p. 100), cet aliment constitue un régime parfaitement équilibré assurant un niveau de gain de poids élevé (d'au moins 1 500 g/jour) chez le taurillon normand, sans aucune dépense de tourteau onéreux. Cependant, le séchage de l'épi par ventilation forcée procure une meilleure performance zootechnique que l'ensilage en raison de sa meilleure appétibilité. La déshydratation artificielle est moins intéressante en raison de son coût, tout en assurant un gain de poids supérieur à celui de l'ensilage. Le stade de récolte n'exerce d'influence particulière ni sur l'appétibilité ni sur le gain.

SUMMARY

COMPARATIVE INCIDENCE OF PRESERVATION BY SILAGE AND BY DRYING OF MATURE AND IMMATURE CORN EARS UPON THEIR NUTRITIVE VALUE FOR BULL-CALVES

Immature corn ears have been harvested and stored, either by silage (butyl silo under vacuum) or by dehydration (130°C, 60 mn).

That cereal has been compared with the mature form of the same deshydrated (60 mn, 100-110°C) or ventilated (45 days).

These feeds were completed with straw and urea to constitute isocaloric rations with the same protein content, and distributed to bull-calves of about 200 kg, placed in metabolic crates, in 6 experiments (76 animals).

The biological tests used are the coefficients of digestibility and of nitrogen retention.

In the last two experiments, the intake level of dry matter and the growth of animals with an *ad libitum* alimentation were also measured during 3 months.

When corn is dehydrated instead of silaged, a well marked amelioration of about 50 p. 100 in the retention and practical utilization of nitrogen was found.

The difference between an excellent silage of immature corn and the mature deshydrated grains is very slight. Nevertheless, the mature form, deshydrated or above all ventilated, is better.

ZUSAMMENFASSUNG

EINFLUSS DES LAGERUNGSVERFAHRENS (SILIERUNG ODER TROCKNUNG) VON REIFEN UND UNREIFEN GANZEN MAISKOLBEN AUF DIE NÄHRLEISTUNG BEI JUNGEN BULLEN

Unreif geerntete Maiskolben wurden entweder unter Vakuum in Butylsilos gelagert oder mit Heissluft bei 130°C getrocknet (60 Minuten).

Die beiden Proben wurden gegeünbergestellt und nachher mit den im reifen Zustand geernteten und heissluft-getrockneten (100-110°C) oder belüfteten (45 Tage) Maisproben verglichen.

Die Futtermittel wurden mit Stroh und Harnstoff ergänzt, um gleichwertige energetische und eiweisshaltige Rationen zu bilden und an junge Bullen von ca. 200 kg verfüttert, die in Bilanzboxen für 6 Experimente gehalten wurden (76 Tiere). Als biologische Tests dienten Verdauungswert und Eiweiss Verwertung. Bei den letzten zwei Versuchen wurde auch dieAufnahmemenge an Trockensubstanz und das Wachstum der Tiere bei *ad libitum* Fütterung während drei Monaten gemessen.

Der Verwertungs- und Verdauungswert sind bei getrocknetem Getreide höher als bei silier, tem. Der Unterschied ist annähernd 50 p. 100 bei Mais. Die Veränderung der Stärken durch hydrothermische Behandlung könnte ein Grund dafür sein.

Bei Mais ist der Unterschied zwischen einer guten Silierung und der Trocknung des unreifen Produktes sehr gering. Der durch Heissluft getrocknete reife Mais, und besonders der durch Belüftung getrocknete Mais, sind dem silierten überlegen.

SECTION IX

- STRUCTURE DE STOCKAGE ET DIVERS.
- STORAGE STRUCTURE AND MISCELLEANOUS.
- STRUKTUR DER LAGERUNG UND VERSCHIEDENES.

Sous la présidence

de

M. CORBETT (F. A. O., Rome)

et M. SALA (France)

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (4), 871-876.

LA CONSERVATION DES GRAINS EN U. R. S. S.

L. A. TRISVIATSKI

Institut scientifique de Recherche pour le Grain et ses Dérivés,
Dmitrovskaïa Chaussee 11,
Moscou 1-434 (U. R. S. S.)

RÉSUMÉ

L'auteur rappelle tout d'abord l'importance de la collecte céréalière en U. R. S. S., ce qui a incité l'État à mettre en place une chaîne de conservation comportant des entrepôts de très grande capacité (200 000 tonnes ou plus).

Lorsque les conditions climatiques conduisent à une récolte de céréales humides, celles-ci sont séchées, soit dans les séchoirs des entreprises d'État (appareils de 32 à 50 tonnes/heure) soit dans les séchoirs des kolkhozes (2 à 16 tonnes/heure). Un nouveau type de séchage « à recyclage » a été mis au point, permettant une économie de 10 à 15 p. 100.

L'auteur étudie alors les possibilités offertes par la technique du séchage partiel des grains très humides, puis décrit les procédés de conservation par ventilation froide ou par air chaud avec effet de séchage.

Le problème de l'ensilage des grains humides destinés à la consommation animale est alors examiné, ainsi que la conservation par le pyrosulfite de sodium ; l'utilisation de l'acide propionique, peu développée en U. R. S. S., est en cours d'étude, ainsi que la conservation sous gaz inerte.

Puis l'auteur examine les techniques de lutte contre les insectes, soit par les agents chimiques, soit par irradiation.

Enfin les modalités de la formation de techniciens spécialisés dans le domaine de la conservation sont présentées.

Le volume de la production de grains en U. R. S. S. conduit à avoir largement recours aux procédés technologiques pour la prévention des pertes. Ceci est particulièrement important en raison de l'accroissement de la production de grains au cours de l'actuel plan quinquenal (1971 à 1975), les directives du 24e Congrès du Parti Communiste de l'Union Soviétique ayant prévu d'atteindre une moyenne annuelle d'environ 195 millions de tonnes.

Malgré des conditions exceptionnellement difficiles du point de vue climatique, telles que le gel sans neige ou la sécheresse inhabituelle qui a particulièrement touché certaines régions du pays, en 1972 la récolte brute de grain a atteint 168 millions de tonnes, dont l'État a acheté 60 millions de tonnes.

Pour la conservation de ces énormes masses de grains, une chaîne technique de conservation a été créée et continue à se développer. Ainsi les entrepôts d'État d'un nouveau type comportent des silos d'une grande capacité (de 150 à 200 000 tonnes et plus chacun) et des dépôts d'une capacité de 3 200 à 5 000 tonnes.

La teneur en eau des grains varie beaucoup, par exemple de 9 à 28 p. 100 dans le cas du blé selon les différentes régions de notre pays, en fonction des conditions et particularités climatiques de l'année. Une grande partie de la récolte est soumise immédiatement au séchage, ce qui permet d'enrayer considérablement les pertes qui apparaissent du fait de l'activité physiologique des grains et des micro-organismes.

La possibilité d'un séchage rapide des grains est assurée par une technique élaborée de séchage. Les entreprises d'État sont pourvues de séchoirs du type « élévateur » assurant un débit de 32 à 50 tonnes de grains/heure. Dans les kolkhozes, on trouve des séchoirs à grains des types « à tambour » et à « dièdre » ayant un débit de 2-4-8 ou 16 tonnes/heure chacun.

L'étude approfondie des questions relatives à la théorie des transfert de chaleurs dans les grains contribue à une conception rationnelle des séchoirs. On a fixé, sur la base de ces recherches, les régimes optimaux de séchage pour des grains et semences de différentes variétés, dans des séchoirs de types divers.

Un nouveau procédé de séchage « à recyclage » a été mis au point. Ce procédé a exigé la transformation des séchoirs à grain en service pour en faire des séchoirs du type « à dièdre » (création de chambres pour les échanges de chaleur humide). Des séchoirs spéciaux à recyclage du type « Tsélinaïa », ayant un débit de 50 tonnes/heure ont été créés et sont exploités avec succès.

Tout en préservant les qualités technologiques des grains, le procédé de séchage par recyclage réalise une économie de 10 à 15 p. 100 par rapport au procédé habituel.

Il a été également établi que grâce à un séchage partiel (de 4 à 6 p. 100) de grains et semences très humides (par exemple, d'une teneur en eau de 24 à 28 p. 100), la stabilité de ceux-ci pendant la conservation augmente considérablement. Ainsi, des semences d'une teneur en eau naturelle de 24 p. 100 se sont révélées beaucoup plus sensibles à l'action des micro-organismes que celles qui, plus humides, ont été séchées jusqu'à cette valeur.

Ceci s'explique par une certaine déshydratation des enveloppes et un ralentissement du développement des microflores interne et de surface.

Il est intéressant d'effectuer un séchage partiel en s'inspirant de ces résultats dans les exploitations ayant un nombre suffisant de séchoirs.

Le nettoyage des grains peut être effectué avant ou après le séchage. Le traitement des grains après la récolte (nettoyage, séchage...) est mécanisé tant dans les entreprises d'État que dans les exploitations agricoles. Il s'effectue suivant un processus technologique ininterrompu appelé « courant continu ». La production de ces chaînes, allant de 10 à 20 tonnes/heure dans les kolkhozes et les sovkhozes, atteint 100 tonnes/heure et plus dans les entreprises d'État.

Pour la conservation de grandes masses de grains, on a largement recours, dans de nombreuses régions du pays, à une ventilation active permettant, à l'automne, de refroidir le grain à temps jusqu'à une température inférieure à + 8°C.

On recommande des régimes optimaux de ventilation active qui sont fonction des teneurs en eau des grains, spécifiques des diverses régions du pays. La ventilation

active est utilisée également pour effectuer un préséchage des grains dans les régions du sud et du centre du pays. Elle est particulièrement utile pour l'amélioration de la qualité des semences destinées aux cultures automnales et hivernales (blé, orge et seigle) et devant être utilisées dans le courant de l'année.

L'étude de l'évolution biochimique des semences, ainsi que de leurs qualités germinatives, montre que la ventilation active par air naturellement chaud et suffisament sec est responsable d'un processus de maturation accélérée.

Dans les exploitations agricoles soviétiques, l'air réchauffé à une température de 30 à 35°C, ou parfois plus, remplace avec beaucoup de succès la ventilation active. Des installations de types variés à air chaud pulsé, assurant le séchage à basse température, augmentent la qualité des semences.

Ces installations conviennent particulièrement bien au séchage des semences de fèves, de tournesol, de ricin, de lin, d'herbes fourragères et de légumineuses.

Un séchage convenable est obtenu avec un débit d'air allant de 500 à 1 500 m^3 par tonne de semences et par heure. Dans ces conditions, les semences des légumineuses perdent leur eau pratiquement aussi rapidement que les grains de blé. Ainsi pour une teneur en eau de 25,2 p. 100 pour le blé et 25,9 p. 100 pour le pois, la vitesse de séchage d'une couche de grains de 80 cm d'épaisseur était semblable et correspondait à une diminution de teneur en eau de 0,46 à 0,47 p. 100 par heure. L'humidification de l'air nécessaire à la ventilation s'effectuait dans des proportions semblables. On obtient des résultats analogues pour le séchage de l'orge, du lupin et des fèves. Le processus de séchage prend fin lorsque la teneur en eau moyenne de la masse est de 12 à 14 p. 100, ce qui nécessite 2 à 4 jours pour les céréales et légumineuses et 7 à 10 jours pour les différentes graines oléagineuses. Cependant la couche supérieure des grains peut présenter une teneur en eau plus élevée.

Une certaine irrégularité apparaît dans le séchage des semences par suite du déchargement mécanisé.

Au stade de l'étude se pose la question du remplacement du froid artificiel pour le refroidissement des masses de grain par la méthode de ventilation active. Des expériences sur le refroidissement du riz fraîchement récolté, conservé en silos dans les régions du sud du pays, ont donné des résultats économiques prometteurs.

Dans les kolkhozes et les sovkhozes, une partie du grain destiné à l'alimentation animale est conservée humide (teneur en eau allant de 20 à 30 p. 100) par « autoconservation » ou grâce à l'utilisation d'agents conservateurs chimiques.

L'autoconservation consiste à disposer le grain dans des tranchées creusées dans le sol (profondeur allant jusqu'à 3,5 m sur une largeur pouvant atteindre 3 m). Les tranchées sont protégées de la pénétration des eaux souterraines et sont fermées hermétiquement après la mise en place du grain, par des bâches en tissus synthétiques ; on recouvre finalement l'ensemble d'une couche de terre protectrice.

En pratique, pour conserver du maïs ayant une teneur en eau allant jusqu'à 35 p. 100, on n'utilise plus que l'autoconservation. Dans le cas de grains dont l'humidité est plus élevée, on observe une accumulation d'acide lactique.

Le grain doit être consommé dans les deux jours qui suivent l'ouverture de la tranchée.

La conservation chimique est assurée par adjonction de pyrosulfite de sodium ($Na_2S_2O_5$), à des doses de 1 à 1,5 p. 100 (par rapport au poids des grains). Pour des

grains ayant une teneur en eau de 19 à 52 p. 100, cet agent chimique prévient le développement de moisissures et l'échauffement des grains pendant une période de 40 à 80 jours. Il ne présente aucun danger pour les animaux. Lorsqu'il est nécessaire de conserver le grain pendant plus longtemps, on ajoute de nouvelles doses plus faibles. L'usage d'acide propionique, pour l'instant très limité dans les exploitations agricoles d'Union soviétique, est à l'étude.

D'importantes expérimentations sont conduites sur la conservation des grains sous gaz inertes.

La protection des réserves de grains et de leurs sous-produits contre les insectes nuisibles a entraîné des mesures inévitables et nécessaires dans les kolkhozes et sovkhozes, dans les silos, les moulins et d'autres entreprises de l'économie nationale.

Les moyens de lutte les plus répandus apparaissent comme étant les agents chimiques (chloro-picrine, bromure de méthyle, préparations d'acide cyanhydrique, chlorure de méthyle et autres).

Cependant l'emploi généralisé des pesticides de contact ou de fumigants pour la lutte contre les agents nuisibles présente certains inconvénients. Les pesticides peuvent être toxiques chez l'homme et l'animal, ou ils se fixent dans le produit conservé par réaction chimique ou physique. De plus, à la suite d'un usage répété, les populations d'insectes s'adaptent et deviennent résistantes aux pesticides. Ceci nous a conduit à mettre au point de nouvelles formules telles que les composés organo-phosphorés dont le plus répandu est le « carbophos », analogue au malathion.

L'usage du carbophos en doses de 8 à 15 grammes par tonne, sous forme d'émulsion, assure une désinfection totale du grain et sa conservation pour une longue période. Cette préparation convient aux semences. Des résultats satisfaisants sont obtenus également pour la désinsectisation des silos. Dans ce cas, on emploie 0,4 gramme de préparation par mètre carré de surface traitée. On peut également espérer la mise au point d'un procédé d'irradiation pour la désinsectisation du grain, avec de petites doses allant jusqu'à 18 à 20 000 rads.

De nombreuses recherches ont montré qu'il n'y a pas d'obstacle à l'usage industriel des radiations ionisantes aux doses nécessaires pour la stérilisation sexuelle des insectes. Dans ces conditions, on ménage les propriétés biochimiques, technologiques, boulangères et hygiéniques du grain.

Dans le domaine de l'application des irradiations ionisantes, on prévoit l'emploi d'un accélérateur d'électrons. L'utilisation des radiations ionisantes (rayons gamma) pour la désinsectisation a déjà été étudiée à ce Symposium. Je voudrais ajouter que des expériences détaillées et répétées d'utilisation de faibles doses irradiantes (jusqu'à 17-20 krads) entraînent une stérilisation des insectes, ce qui présente également un grand intérêt prophylactique. Les doses obtenues avec des accélérateurs d'électrons n'ont pas d'influence sur les propriétés biochimiques, les qualités biologiques, ni sur la valeur alimentaire des céréales.

Pour la conservation d'énormes masses de grains, il est essentiel de rationaliser l'usage des silos, ce qui permet l'abaissement des coûts. C'est ainsi qu'il est possible d'augmenter la hauteur des couches de grains conservés dans les entrepôts. La construction de silos avec des éléments plus solides, ainsi que l'étude des caractéristiques physiques et physiologiques des masses de grains, a permis d'accroître la hauteur des tas de grains secs dans les entrepôts à planchers horizontaux de 2,5 m à 4 ou 5 m et de 8 à 10 ou 12 m dans les dépôts à planchers inclinés.

Les recherches de ces dernières années ont montré également qu'il est possible de stocker les semences de nombreuses espèces végétales dans des silos élévateurs. Ainsi les qualités germinatives des semences de blé, d'orge et d'avoine, conservées à une teneur en eau de 13 p. 100 maximum, sur une hauteur de 30 mètres, se conservent bien pendant 2 à 3 ans. Les semences des diverses sortes de millet (teneur en eau 1,25 p. 100) et de riz (teneur en eau de 13 p. 100 maximum) se conservent correctement pendant deux années lorsqu'elles sont stockées sur une hauteur de 12 mètres.

La formation pendant plusieurs années de spécialistes dans ce domaine paraît être la mesure qui permettra d'enrayer les pertes de grains pendant le stockage en U. R. S. S. Les institutions supérieures du pays préparent des ingénieurs techniciens et des ingénieurs mécaniciens pour les entreprises d'État. La préparation de techniciens est également assurée. Les agronomes qui terminent leurs études moyennes et supérieures en agriculture reçoivent une préparation obligatoire dans le domaine de la conservation et du traitement des grains.

Des recherches sur la conservation sont menées dans de nombreux établissements scientifiques et dans les chaires des institutions supérieures. Au centre des recherches se trouve l'Institut de Recherche scientifique de toute l'Union sur le Grain et ses Dérivés (V. N. I. I. Z.).

SUMMARY

GRAIN PRESERVATION IN SSSR

The author reminds first the importance of cereals collected in the S. S. S. R., the reason why the government had to put in practice a storage chain, composed of large capacity store houses (200 000 metric tonnes, or more).

When climatic conditions result in wet harvested grains, cereals are dried either in state enterprise dryers (32 to 50 tonnes/hour) or in kolkhozes' dryers (2 to 16 tonnes/hour). A new type of drying, with recycling, has been developped, economizing 10 to 15 p. 100.

Then the author studies the possibilities offered by the technic of partial drying of very wet grains, and describes the preservation processes using fresh ventilation, or hot ventilation with drying effect.

The question of silage of wet grains destined to animal consumption is then examined, as well as preservation by sodium pyrosulfide ; the use of propionic acid, little developped in S. S. S. R., is studied now, just as storage with inert gas.

The author describes the struggle technics against insects, either with chemical agents, or with irradiation.

Finally the modalities of technicians formation, specialized in preservation, are discussed.

ZUSAMMENFASSUNG

LAGERUNG VON GETREIDE IN DER SOWJETUNION

Der Autor weist zuerst auf den grossen Umfang der Getreide-ernte in der Sowjetunion hin, was die Regierung zum Bau von Lagerungseinrichtungen grosser Kapazität (200 000 Tonnen und darüber) veranlasste. Wenn klimatische Bedingungen zur Ernte von feuchtem Getreide führen, wird es entweder in Trocknern von staatlichen Unternehmen (Apparate für 32 bis 50 Tonnen pro Stunde) oder in Trocknern von Kolkhosen (2 bis 16 Tonnen pro Stunde) getrocknet.

Eine neue Umlauftrocknung mit der 10 bis 15 p. 100. Ersparnisse erzielt werden, wurde entwickelt. Der Autor untersucht danach die durch eine partielle Trocknung gebotenen Möglichkeiten und beschreibt die Konservierung durch kalte Belüftung oder durch heisse Luft mit Trocknungseffekt.

Das Problem der Silierung von feuchtem Korn für die Tierernährung, die Konservierung durch Natriumpyrosulfit, der Gebrauch von Propionsäure, die bis jetzt in der Sawjetunion wenig angewandt wurd, sowie die Lagerund mit Inertgas wurden untersucht. Schliesslich werden die Massnahmen zur Insektenbekämpfung durch Chemikalien oder durch Bestrahlung erörtert. Zum Schluss wird auf die Ausbildung von Fachkräften auf demGebiet der Konservierung eingegangen.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (4), 877-890.

CONSÉQUENCES DU DÉVELOPPEMENT DU MAÏS SUR L'ÉQUIPEMENT CÉRÉALIER FRANÇAIS

M. A. BENEZIT

Ministère de l'Agriculture,
Direction de l'Aménagement rural et des Structures,
Bureau d'Étude des Équipements de Stockage,
19, avenue du Maine,
75732 Paris Cedex 15 (France)

RÉSUMÉ

L'analyse de ces conséquences est faite aux niveaux suivants :

— l'entreprise de collecte ;
— l'organisation de la collecte ;
— la conception du silo ;
— l'équipement du silo ;
— l'économie de l'entreprise.

Conséquences sur l'entreprise

— augmentation de la dimension économique sur les O. S. ;
— recrutement et qualification du personnel.

Conséquences sur l'organisation de la collecte

— concentration du réseau de silos de collecte ;
— choix de l'implantation des nouveaux silos (environnement : bruit, poussières).

Conséquences sur la conception des silos

— plan de masse : adjonction d'un atelier de séchage, prévisions d'agrandissements ultérieurs ;
— choix de la capacité des cellules : limites à l'augmentation des capacités unitaires ;
— choix de la hauteur de stockage en liaison avec la ventilation.

Conséquences sur l'équipement des silos

— en liaison avec l'humidité des grains reçus ;
— en liaison avec les risques de casse des grains secs ;
— ventilation du stockage ;

— lutte contre le bruit ;
— lutte contre les poussières ;
— équipement électrique.

Conséquences sur l'économie de l'entreprise

— problème de tarification E. D. F. et de consommation électrique.

Le développement de la culture du maïs-grain en France a été très remarquable au cours des années dernières.

Cette culture est partie des régions du Sud-Ouest dont le climat répondait aux exigences de chaleur et d'humidité de la plante. Après les travaux de l'I. N. R. A., ayant permis la mise au point de variétés plus précoces, les limites de sa zone d'influence ont progressivement reculé vers le nord. Aujourd'hui, le maïs-grain se cultive sur l'ensemble de notre territoire.

En près de 25 ans, la superficie cultivée en maïs-grain est passée de 300 000 ha (récolte 1948) à 1 900 000 ha (récolte 1972), soit près de 20 p. 100 de la sole emblavée en céréales. La récolte est passée de près de 500 000 t en 1948 à plus de 8,5 millions de tonnes en 1971 et la collecte de 10 000 à 7 millions de tonnes pour les deux mêmes années de référence. Le maïs est donc devenu la principale de nos céréales secondaires.

La place conquise en France par le maïs-grain est un des faits les plus importants de l'histoire de notre production céréalière depuis la fin de la dernière guerre. Cette importance ne résulte pas seulement des chiffres de production que l'on peut citer et qui enregistrent des records successifs. Elle vient aussi de ce que cette culture a fortement contribué à l'évolution de notre équipement céréalier. Cette communication se propose d'analyser les conséquences de l'expansion du maïs sur cet équipement ainsi que sur les entreprises de collecte.

I. — CONSÉQUENCES SUR LES STRUCTURES DE LA COLLECTE

A. — *Accroissement des équipements*

L'expansion du maïs a d'abord provoqué une augmentation de la collecte annuelle de céréales. Le maïs en effet s'est substitué le plus souvent à d'autres cultures que celles de céréales. Tête d'assolement, le maïs a pris parfois la place de cultures sarclées (betteraves, pommes de terre). Dans d'autres régions, sa culture a été entreprise après débroussaillage de taillis ou après retournement de pâtures. Même lorsque le maïs s'est substitué à d'autres céréales, ce qui a été le cas dans certains départements avec l'orge d'hiver, la différence de rendement des deux cultures s'est traduite par une augmentation de la collecte annuelle.

L'expansion du maïs a également provoqué la formation d'un deuxième pic dans la courbe annuelle des stocks de l'entreprise de collecte. Le premier pic se situe géné-

ralement le 1er août au lendemain de la moisson des céréales à paille, le second au 1er novembre après le feu de la récolte du maïs. Selon l'importance de l'une et de l'autre, selon le rythme des sorties, le premier pic est plus ou moins élevé que le second. Au niveau national globalisant l'ensemble de toutes les entreprises de collecte, c'est au cours de la campagne 1970/71 que, pour la première fois, le pic du maïs (90 900 000 q) l'a emporté sur celui des céréales à paille (85 700 000 q).

Bien entendu, le niveau de chacun des deux pics est influencé par l'ensemble de la collecte de l'entreprise et les besoins en équipements nouveaux résultant de l'expansion du maïs se sont manifestés avant que le stock de pointe du maïs dépasse celui des céréales à paille. Ils ont été ressentis au niveau des débits de réception, des capacités de séchage et des capacités de stockage.

On peut noter en passant que le décalage existant entre la moisson des céréales à paille et celle du maïs est un facteur favorable à l'économie du stockage, car il permet d'obtenir un taux moyen de remplissage des silos plus élevé.

B. — *Organisation du réseau de silos*

Actuellement, 65 p. 100 de la collecte du maïs sont livrés sous forme de grain humide à l'époque de la moisson. Ce pourcentage s'accroît chaque année et la période de récolte a tendance à se raccourcir. Les cribs vétustes ne sont pas remplacés. Les exploitations céréalières importantes renoncent de plus en plus à effectuer le séchage à la ferme et, par raison de sécurité, les producteurs se suréquipent en moyens de ramassage.

L'arrivée massive de grains humides a donc contraint les entreprises de collecte à s'équiper en conséquence. Le dispositif de collecte mis en place pour le maïs s'est superposé à celui existant pour les céréales à paille, mais l'obligation d'installer des séchoirs importants et les sujétions propres au transport des grains humides l'ont singulièrement modifié.

L'introduction du maïs a d'abord accusé la différence existant déjà auparavant entre les deux types d'installation que possèdent les entreprises de collecte, à savoir les centres de collecte et les silos de stockage.

Les centres de collecte sont ces équipements sommaires construits à proximité des exploitations agricoles pour éviter aux producteurs d'effectuer un trop long parcours avant de livrer leur récolte. Simples relais entre la production et le silo, ce sont des installations légères, très sommairement équipées. Les silos, au contraire, sont munis des appareils de nettoyage et de séchage des grains. L'obligation de mettre en place un certain nombre de séchoirs de grande puissance a contribué à assurer la promotion des installations qui en ont bénéficié au rang de silo de stockage « à part entière ».

D'autre part, les entreprises ont dû prendre une option sur la plus ou moins grande dispersion de ces unités nouvellement équipées de séchoirs.

Le regroupement des séchoirs sur un petit nombre de points privilégiés offre plusieurs avantages :

— les frais d'installation sont moins élevés. Il coûte moins cher d'installer un séchoir de 3 000 pts/h que 3 séchoirs de 1 000 pts/h ;

— les charges de main-d'œuvre sont moins élevées. Tout silo équipé de séchoir

fonctionnant la nuit exige la présence d'un homme au moins, sinon de deux, rémunérés au tarif de nuit ;
— les dépenses de combustible par quintal séché sont un peu moins élevées ;
— le contrôle du travail effectué est plus facile et meilleur ;
— la durée de fonctionnement annuel peut être plus grande s'il existe des différences de maturité entre les régions desservies.

En revanche, ce regroupement impose des frais de transport de maïs humide, donc d'eau en excédent, qui augmentent rapidement avec la distance de transport. Pour un parcours de 20 à 25 km, le prix du transport de l'eau en excédent reviendrait entre 20 et 25 centimes par quintal de maïs sec.

Au départ, les entreprises de collecte ont pris à l'égard de ce problème des positions très différentes. Aujourd'hui, les points de vue donnent l'impression de se rapprocher.

Les raisons ne manquent pas pour expliquer les divergences initiales : différence de structure des exploitations agricoles, variation des densités de production, plus ou moins grande facilité de transport, consistance différente des équipements existants, conceptions économiques propres des équipes de direction, etc.

Il semble bien que la véritable motivation des uns et des autres, plus ou moins subsconsciente, reposait dans une analyse différente des perspectives d'expansion du maïs. Ceux qui, dès le départ, ont eu foi dans le développement du maïs ont opté pour un équipement en séchoir relativement concentré. Ceux qui se sont laissés guider par les événements ont opté pour un équipement plus dispersé.

Aujourd'hui, les points de vue se rapprochent. Ceux qui ont joué la carte de la concentration ont souvent atteint les limites maximales de celle-ci. En dehors du fait que les frais de transport deviennent prohibitifs, le transport sur un même point de toute la collecte du maïs pose des problèmes au niveau du frêtage des camions (concurrence de la betterave) ou au niveau des disponibilités en moyens de réception. Ceux qui ont dispersé leur équipement se sont aperçus des inconvénients de la formule et cherchent à en limiter l'importance.

Les capacités de séchage de maïs les plus faibles qui soient installées sont de l'ordre de 1 000 à 1 500 pts/h. Elles correspondent aux besoins résultant du travail d'un corn picker de 4 ou 6 rangs. Un grand nombre de nos unités de séchage ont une capacité comprise entre 3 000 et 5 000 pts/h. Il semble que cette capacité puisse être avantageusement portée jusqu'à 8 ou 10 000 pts/h. Il existe quelques installations plus puissantes, mais elles sont très peu nombreuses.

Quant aux silos, on peut *a priori* les ranger suivant leur taille en trois catégories. Les plus petits ont une capacité comprise entre 40 et 60 000 q. Leur débit de manutention est de l'ordre de 600 à 700 q/h. Puis viennent les silos d'une capacité comprise entre 60 000 et 100 000 q, pouvant recevoir les grains à la cadence de 1 000 q/h. Enfin, on trouve les silos dont la capacité supérieure à 100 000 q peut atteindre 200 000 q, voire davantage avec un débit de réception approprié.

C. — *Localisation des équipements maïs*

Cette localisation a tenu compte en premier lieu des installations déjà en service. Un certain nombre de silos ont été aménagés et agrandis en conséquence. Cependant, cette solution n'a pas toujours pu être retenue faute de terrain disponible ou par suite

d'une adaptation difficile des équipements existants aux exigences du maïs. Il a donc fallu également construire de nouvelles unités. Dans ce cas, les constructions nouvelles ont été entreprises soit en plein cœur des zones de production, soit à l'intérieur de celles-ci en des points privilégiés par rapport au circuit de commercialisation, c'est-à-dire à proximité d'une voie ferrée ou d'une voie d'eau ou encore en annexe d'une usine d'aliments du bétail.

Depuis 18 mois à 2 ans, l'attention des entreprises de collecte a été attirée sur la gêne que causait au voisinage le fonctionnement des séchoirs. Il s'agit du dégagement de poussières et surtout de la propagation du bruit. Ces causes de nuisance sont difficiles et onéreuses à combattre, et aujourd'hui, après quelques expériences malheureuses, le choix des nouvelles implantations de séchoirs tient compte de plus en plus de ces facteurs de contrainte supplémentaires.

II. — CONSÉQUENCES SUR LA CONCEPTION DES SILOS

A. — *Plan de masse*

Avant que le maïs ne prenne la place qu'il a acquise aujourd'hui, tout silo se composait de trois parties principales : l'installation de réception, la tour de travail et les cellules de stockage. Les séchoirs destinés au traitement des céréales à paille étaient installés dans la tour de travail.

Cette disposition n'a pas pu être conservée avec le maïs, en raison des puissances de séchage beaucoup plus élevées à mettre en place et de l'encombrement des appareils. Très rapidement, il a fallu prévoir pour le séchage un emplacement séparé, distinct de la tour de travail. Cet emplacement est ménagé entre la tour de travail et les cellules de stockage ou mieux latéralement par rapport à la tour. On y trouve le générateur de chaleur, l'échangeur et le séchoir. Ce matériel est souvent installé dans un bâtiment léger de type industriel. En variante, certains constructeurs offrent un matériel carossé sous coffrage métallique étanche qui est mis en place à l'air libre.

A noter pour être complet que la tour de travail doit être légèrement agrandie pour y loger les boisseaux de maïs humide en attente de traitement si ceux-ci ne se confondent pas avec les premières cellules de stockage, ainsi que le matériel de nettoyage des grains indispensable avant et après séchage.

B. — *Prévisions d'agrandissements futurs*

Toute installation industrielle doit être conçue en fonction d'agrandissements ultérieurs. Ceci est bien connu. La règle vaut pour les installations de collecte de maïs. Dès la première tranche de travaux, il importe de prévoir et de réserver les emplacements nécessaires aux agrandissements futurs.

La difficulté en cette matière est de prévoir le niveau qu'atteindra la collecte dans les années à venir. Il faut bien reconnaître que, souvent, l'expansion du maïs a dépassé les prévisions d'origine, même lorsque celles-ci paraissaient ambitieuses.

Il importe aussi de prévoir les quantités de grains récoltés à la moissonneuse-

batteuse et livrés pendant la période de récolte. Au niveau national, la part de la collecte totale livrée en période de moisson ne cesse de croître. Elle s'établissait à 25 p. 100 il y a 10 ans et dépasse 60 p. 100 aujourd'hui.

C. — *Fractionnement du circuit de séchage*

On a dit qu'au stade de la collecte les séchoirs à maïs les plus petits avaient une capacité variant de 1 000 à 1 500 pts/h. Lorsque les besoins de séchage augmentent, on est conduit à placer un deuxième appareil de même puissance ou de puissance plus élevée selon les perspectives d'activité de l'établissement.

Lorsqu'un même silo est équipé de deux séchoirs distincts, il est conseillé de ne pas les relier au même circuit d'approvisionnement et d'évacuation, mais de constituer deux circuits distincts. Ceci permet de séparer les apports de maïs en deux lots distincts en fonction de leur qualité (degré d'humidité, propreté, etc.), et d'obtenir un travail de séchage plus homogène. Cette mesure n'a pas toujours été adoptée dans le passé mais, actuellement, elle tend à se généraliser de plus en plus.

D. — *Ventilation en cours de stockage*

La teneur en eau des grains commercialisés est trop élevée pour permettre de les abandonner sans précaution pendant le stockage. Cependant, par suite d'une activité respiratoire plus intense, les exigences propres au maïs sont beaucoup plus sévères que celles des céréales à paille. S'il est possible de conserver du blé à 16 p. 100 pendant plusieurs semaines en effectuant seulement quelques transilages, la ventilation de la masse de grain en stock s'impose dans le cas du maïs, même lorsque celui-ci est ramené à une teneur en eau de l'ordre de 15 p. 100.

L'expansion du maïs a donc entraîné la construction de cellules ou de cases de stockage équipées d'un disposif adéquat de ventilation.

Les statistiques établies périodiquement par l'O. N. I. C. sont très révèlatrices sur ce point. En 1964, 2 792 installations de stockage, soit 30 p. 100 des 9 271 installations existantes, étaient munies d'un dispositif de ventilation. En 1972, le nombre d'installations recensées s'établit à 8 759 dont 4 797, soit près de 55 p. 100, sont munies de ventilation.

E. — *Hauteur du stockage*

Elle est soumise à deux contraintes : la casse à la chute des grains et les frais inhérents à la ventilation. Ces deux contraintes sont fonction de l'humidité des grains stockés, mais toute variation de l'humidité exerce sur chacune d'elles des effets de sens contraire. Ainsi, une plus grande humidité rend les grains moins cassants mais exige une ventilation plus poussée.

Dans la pratique, il apparaît que, jusqu'à présent, ce sont les contraintes liées à la ventilation des grains dont il a été surtout tenu compte, et l'on a pu constater depuis quelques années une évolution assez nette dans le choix des hauteurs de stockage.

A l'origine, et pour éviter tout accident de conservation, le maïs à 15-16 p. 100 d'humidité était stocké sous une hauteur ne dépassant pas 8-9 m. Le stockage était

opéré dans des cases à fond plat. Il l'était aussi dans des cellules verticales ; dans ce cas, les cellules étaient fractionnées en deux parties de capacité égale ou non par une mamelle intermédiaire.

Par la suite, des progrès ont été accomplis par les constructeurs de séchoirs ; aujourd'hui, à la sortie des appareils, l'humidité des grains encadre de manière plus étroite l'humidité moyenne recherchée. D'autre part, on a acquis une meilleure maîtrise du stockage grâce à un nettoyage sérieux des grains secs, ce qui élimine les pellicules ou particules végétales résiduelles susceptibles de rendre la ventilation moins homogène à l'intérieur de la masse de grains.

Les installations les plus récentes prévoient de stocker le maïs à 16 p. 100 sous des hauteurs plus importantes qu'autrefois. En cellules verticales de 7 à 8 m de diamètre, ces hauteurs atteignent aujourd'hui 25 à 30 m. Il va de soi qu'avec de telles hauteurs les premiers grains tombant dans le fond de la cellule sont exposés à un taux de brisure élevé. Néanmoins, les grains forment assez rapidement un matelas amortisseur et il semble que le taux moyen de brisure des grains stockés dans ces conditions reste dans des limites acceptables.

Bien entendu, si le maïs mis en stock a une humidité un peu plus élevée, de l'ordre de 18 p. 100 voire 20 p. 100, il doit être soumis à une ventilation plus poussée. Ceci limite la hauteur de stockage. Avec des grains à 20 p. 100, une hauteur de l'ordre de 12 m reste encore admissible.

F. — *Capacité unitaire des cellules de stockage*

La recherche de bas prix de revient conduit les entreprises de collecte à augmenter la capacité unitaire des cellules ou des cases de stockage.

On est limité dans cette voie par la nécessité d'obtenir une ventilation aussi homogène que possible dans la masse du grain. Il importe en effet que la pente de talus naturel à la surface du grain mis en stock ne crée pas de courant de ventilation privilégiée au détriment de zones mortes où se produiraient des échauffements ou des pertes de valeur nutritive. Cependant, les progrès déjà signalés à propos du choix de la hauteur des grains et une étude appropriée du système de ventilation permettent d'envisager aujourd'hui la mise en œuvre de capacités unitaires plus élevées que par le passé.

Le problème ne se pose pas dans le cas des cellules verticales de grande hauteur dont le diamètre ne dépasse généralement pas 7 à 8 m. Leur capacité unitaire culmine à 10 000 q. Il se pose par contre pour les cellules ou les cases à fond plat chargées sur 12 à 13 m de hauteur. Il semble que les solutions mises au point pour la ventilation permettent de dépasser assez largement le chiffre de 10 000 q ci-dessus.

Dans ce cas, la question mérite d'être examinée de savoir si, du point de vue de l'exploitation, une telle solution est recommandable. Jusqu'à présent, le maïs a été traité comme un produit de masse sans distinction de variété ni de composition. Il est possible qu'il n'en soit pas toujours ainsi et que, tôt ou tard, on soit conduit à envisager une certaine spécialisation des grains en fonction de leur utilisation, donc une sélection plus ou moins poussée au niveau de l'organisme de collecte. Dans cette perspective, il serait prudent que la capacité unitaire des cellules ou des cases mises en œuvre ne dépasse pas un certain seuil incompatible avec une sélection ultérieure éventuelle des grains.

III. — CONSÉQUENCES SUR LA CONSTRUCTION ET L'ÉQUIPEMENT DES SILOS

A. — *Matériel de manutention*

Les modifications qu'il a fallu apporter au matériel de manutention ont, semble-t-il, deux origines.

C'est tout d'abord le risque de casse des grains secs qu'il convient de manutentionner avec certaines précautions. On estime que les mêmes mesures doivent être prises à l'égard des grains humides, toute contrainte exercée sur le grain humide pouvant provoquer des clivages en cours de séchage.

C'est aussi la plus grande fatigue que le maïs impose au matériel par suite de ses facultés d'écoulement moins grandes.

Dans le choix du matériel, ces deux facteurs conduisent à éviter tout recours aux vis d'Archimède et à préférer les transports sur bandes aux transports par redler, lorsque cela est possible.

La construction de différents matériels a dû, elle aussi, être adaptée au maïs. Ainsi, par exemple, il est recommandé de monter les godets des élévateurs sur la sangle en intercalant des rondelles caoutchoutées de 8 mm d'épaisseur qui évitent le pincement des grains dans le pied de l'élévateur. Pour les redlers, il est prudent de ménager latéralement un espace plus grand entre l'extrémité des barettes et l'auge métallique. Les dimensions des orifices de sortie doivent être agrandies.

Enfin, les conditions de fonctionnement des appareils ont dû également être modifiées. Qu'il s'agisse de transport vertical ou horizontal, il a fallu diminuer la vitesse des appareils, ce qui a nécessité d'augmenter leurs dimensions pour conserver le même débit. Ainsi, la vitesse des élévateurs a dû être réduite de 3-3,5 m/sec à 2-2,5 m/sec, celle des redlers de 1 m/sec à 0,6 m/sec. L'alimentation des élévateurs a dû être prévue de manière systématique sur le brin descendant et non sur le brin montant. La pente des conduits de descente ne doit jamais être inférieure à 45° alors qu'une pente plus faible peut suffire pour le blé.

Ces différentes modifications n'ont pas toujours permis d'utiliser pour le maïs les installations existantes. Elles ont conduit quelques entreprises à spécialiser pour le maïs certains de leurs silos. En cas d'installations polyvalentes, des mises au point particulières ont dû être apportées.

B. — *Nettoyage des grains*

Ce nettoyage se révèle indispensable avant et après séchage pour obtenir un déroulement satisfaisant des opérations.

Dès la réception, les grains humides passent par un émotteur qui enlève les corps étrangers les plus gros, les feuilles ou débris végétaux pouvant surcharger inutilement le séchoir ou perturber son bon fonctionnement.

Après toute opération de séchage (total ou partiel), il est également nécessaire de nettoyer les grains pour éliminer les grains cassés, ainsi que les pellicules végétales

susceptibles de rendre la ventilation moins homogène en cours de stockage. Ce nettoyage s'opère dans un nettoyeur-séparateur ou dans un épurateur, puisque les particules à éliminer sont légères et peuvent être entraînées par aspiration.

C. — *Ventilation des cellules ou des cases de stockage*

Les travaux du C. N. E. E. M. A. (Centre national d'Étude et d'Expérimentation du Machinisme agricole) permettent de déterminer les caractéristiques débit-pression de la ventilation à mettre en place pour le stockage de maïs humide en attente de séchage, et pour le stockage de maïs sec en cours de stockage.

Les solutions adoptées lors de la construction varient avec le type des cellules.

S'il s'agit de cellules à fond incliné, le dispositif consiste en une gaine circulaire formant larmier placée à mi-hauteur du cône inférieur ou d'un ensemble de gaines en étoile placées le long des génératrices du cône inférieur. Dans ces deux cas, la ventilation des grains s'effectue verticalement de bas en haut de la cellule. Une autre solution met en jeu deux gaines placées le long de deux génératrices opposées de la cellule. L'air distribué par la première gaine traverse le grain horizontalement. Il est ensuite collecté par la seconde gaine et renvoyé à l'extérieur du bâtiment.

S'il s'agit de cellules à fond plat, la ventilation peut être assurée par un faux fond ou par un réseau convenablement disposé de caniveaux recouverts de plaques perforées ou encore par des gaines en superstructure. Assez répandu en France, le système Pale-Westerby se classe dans ce dernier groupe. Le même équipement permet de ventiler les grains et d'en accélérer l'évacuation en fin de vidange. Les gaines de section carrée comportent latéralement des ouïes. Quand la cellule est en charge, les filets d'air traversent la masse de grains de bas en haut. En période de vidange, ils poussent les derniers grains stockés vers des orifices d'évacuation.

D. — *Lutte contre les poussières*

Le séchage et la manutention du maïs donnent lieu à une production de pellicules végétales et de poussières beaucoup plus abondantes que les autres céréales. Des dispositions particulières doivent être prises pour renforcer le système classique de dépoussiérage du silo par cyclone et pour dépoussiérer l'air de séchage.

Le renforcement du système de dépoussiérage du silo par cyclone est obtenu de manière satisfaisante en faisant déboucher l'air sortant du cyclone dans des manches à air de grande longueur. En passant au travers des mailles du tissu, l'air se débarrasse des poussières résiduelles que n'a pas arrêtées le cyclone. Le choix du tissu est important. Les manches en coton paraissent donner les meilleurs résultats.

Pour le dépoussiérage de l'air du séchoir, les solutions proposées relèvent de trois techniques distinctes : la filtration sur tissu, la récupération par cyclone et le dépôt par gravité dans une chambre de détente. Ces solutions peuvent être mises en œuvre indépendamment les unes des autres. On peut aussi être amené à les jumeler pour obtenir un dépoussiérage plus poussé.

La filtration sur tissu est opérée soit à l'intérieur du séchoir, soit à la sortie de celui-ci, soit enfin en dehors du séchoir. Cette dernière solution paraît donner les meilleurs résultats. Elle consiste à faire passer l'air de séchage dans des manches filtrantes reliées à l'amont à une chambre de répartition et à l'aval à une chambre

de récupération des poussières. Cette solution convient bien aux installations de séchage de puissance moyenne. Elle est cependant relativement coûteuse.

La filtration sur toile à la sortie du séchoir ne permet pas d'obtenir un dépoussiérage aussi poussé que les manches à air. Elle peut néanmoins suffire dans certains cas. La toile est en acier galvanisé. Le décolmatage est assuré par une buse d'aspiration mobile qui aspire à contre-pression. Les poussières sont envoyées sur un petit cyclone et ensachées.

Enfin la toile filtrante peut être disposée à l'intérieur du séchoir dans la colonne sécheuse. Elle est tendue en accordéon sur une grande surface, ce qui diminue les pertes de charge et éviterait le colmatage. Introduite récemment, cette technique est en cours de mise au point.

La récupération des poussières peut aussi être obtenue par cyclone. Dans ce cas, on équipe les séchoirs d'un grand nombre de petits cyclones horizontaux placés sur toute la hauteur de la colonne sécheuse. Collectée dans les cyclones, la poussière est récupérée à la base du séchoir et ensachée directement ou envoyée pneumatiquement vers une chambre à poussière de faible dimension, le débit d'air admis dans cette chambre n'étant que le dixième de celui de l'air de séchage. Si l'on recherche un dépoussiérage poussé, il paraît nécessaire de compléter l'installation par une chambre de détente.

La chambre de détente, appelée aussi chambre à poussières, est constituée d'un local de vaste dimension que traverse l'air pollué et pendant la traversée duquel les poussières se déposent par gravité. Cette solution est intéressante si l'on dispose de terrain en suffisance. Les frais de fonctionnement sont réduits. Son efficacité dépend du volume de la chambre et, comme son prix, augmente avec lui.

E. — *Lutte contre le bruit*

Si le problème du bruit se pose avec une acuité particulière dans le cas du maïs, ceci provient d'une part de la marche permanente du silo en période de séchage, d'autre part du fonctionnement des appareils de ventilation en cours de stockage. C'est donc l'ensemble de la construction et de l'équipement qui est mis en cause dans cette affaire.

Les mesures à prendre pour lutter contre le bruit dépendent bien sûr de la situation du silo. Elles devront être étudiées avec plus de soin et être plus rigoureuses lorsque le silo est installé à proximité d'habitations, voire même sur une hauteur ou dans une vallée où peuvent se produire des phénomènes de résonance.

Du point de vue de la construction, une première remarque concerne la tour de manutention. Le cas s'est produit de tours de manutention métalliques faisant caisse de résonance et répercutant dans le voisinage le bruit de la jetée du maïs sec en tête des élévateurs. Il convient de s'en prémunir. Le bruit causé par le fonctionnement des séchoirs ainsi que des ventilateurs peut être atténué par un bardage en maçonnerie du local qui les abrite. En ce qui concerne les ventilateurs, et si les dispositions le permettent, on peut aussi les enterrer dans une fosse de dimension suffisante, ce qui semble limiter la propagation du bruit en surface.

L'emploi de transporteurs à bandes pourra être préféré à celui des transporteurs à chaînes. S'il est néanmoins prévu d'installer des redlers, on peut envisager la pose

de guides en bois sous les barrettes d'entraînement du grain, notamment sur les redlers qui alimentent les séchoirs.

Les machines animées d'une grande vitesse produisent des chocs ou des vibrations audibles. Pour en éviter la propagation, on peut interposer entre les machines et leur socle des amortisseurs ou « silent-blocks » ou encore sceller les machines sur une dalle rendue indépendante du bâtiment par l'interposition d'un lit de feutre ou de liège.

Une attention particulière doit être portée au choix des ventilateurs. Les ventilateurs centrifuges sont moins bruyants que les ventilateurs hélicoïdaux. On a également intérêt à en limiter la vitesse de rotation au-dessous de 1 500 voire 1 000 t/mn, ce qui entraîne des contraintes techniques liées à l'encombrement accru du matériel et aux difficultés d'accouplement direct des moteurs. Pour les bruits de « bouche », on peut installer des silencieux qui absorbent le bruit dans un matériau fibreux approprié.

Toutes ces sujétions se traduisent inévitablement par un accroissement du devis des installations qui peut s'alourdir dans des proportions notables.

IV. — CONSÉQUENCES SUR LA VIE ÉCONOMIQUE DE L'ENTREPRISE

A. — *Renforcement de son assise économique*

On a dit que l'expansion du maïs se fait le plus souvent au détriment d'autres cultures que celle de céréales. Le produit de la vente du maïs vient donc s'ajouter au chiffre d'affaires des céréales à paille, lui-même en progression généralement.

L'expansion du maïs consolide donc l'assise économique des entreprises de collecte. Elle contribue à leur donner un pouvoir de négociation commerciale plus grand. Elle leur permet aussi de disposer d'une capacité d'entreprendre plus grande.

B. — *Relations avec les producteurs*

La collecte du maïs a resserré les liens existants entre l'entreprise et les producteurs. Le séchage des grains qu'opère l'entreprise prend figure de service rendu et le producteur accepte plus volontiers de livrer la totalité de sa récolte à l'entreprise qui en assure la charge. Les sujétions propres à l'approvisionnement des silos en période de récolte provoquent aussi des contacts propices à une meilleure collaboration des uns et des autres.

On peut d'ailleurs noter que c'est avec le maïs que les relations de type contractuel ont fait leur apparition entre producteurs et entreprises de collecte. La formule de l'approvisionnement sur contrat était inconnue dans le secteur des céréales. Aujourd'hui, un certain nombre d'entreprises ont estimé prudent d'y avoir recours pour le maïs.

Les raisons pour lesquelles ces entreprises ont pris cette décision varient. Certaines, ayant des doutes sur l'avenir du maïs, ont cherché à se couvrir contre un abandon prématuré de cette culture par leurs fournisseurs, au lendemain d'investis-

sements onéreux. D'autres y ont vu un moyen de planifier les apports et d'assurer un approvisionnement régulier de leurs séchoirs.

Ces contrats prévoient généralement la fourniture de semences par l'entreprise de collecte et confient à celle-ci l'organisation du chantier de collecte et éventuellement celle des transports au silo.

V. — CONCLUSIONS

Nous avons évoqué les différentes conséquences que l'expansion du maïs a eues sur l'équipement céréalier français au cours des années dernières. Il faut ajouter que cet équipement a été soumis aussi à d'autres facteurs d'évolution. On peut citer notamment le développement de la mécanisation qui a entraîné une accélération des livraisons en début de campagne et nécessité un renforcement des cadences de réception. On peut citer aussi la recherche permanente d'une meilleure productivité qui a favorisé les manutentions de céréales en vrac au lieu du sac. Les statistiques O. N. I. C. permettent de constater qu'en 5 ans le pourcentage des points de stockage équipés pour le vrac a doublé. Un des phénomènes ayant également marqué de son empreinte notre équipement céréalier est le caractère excédentaire de notre bilan céréalier qui s'est affirmé depuis une dizaine d'années environ. La nécessité dans laquelle la France s'est trouvée placée de devoir exporter ses excédents explique la construction des différents silos portuaires qui jalonnent nos côtes aujourd'hui. Elle explique aussi que, lors de la construction de nouveaux silos, les entreprises soient plus préoccupées que dans le passé par leurs possibilités d'expédition par fer et par eau.

Il est toujours délicat de prévoir l'avenir car des évènements fortuits ou d'apparence mineure viennent souvent démentir les pronostics les mieux fondés. On peut penser cependant que dans les années prochaines l'équipement céréalier français continuera encore de se développer en quantité et en qualité. Il est vraisemblable que ce développement en quantité ne se traduira pas par la construction d'un grand nombre d'unités nouvelles mais plutôt par l'agrandissement d'installations existantes. D'après les statistiques O. N. I. C., en 8 ans notre capacité de collecte a plus que doublé, passant de 70 millions de quintaux à plus de 145 millions de quintaux, mais parallèlement le nombre de points de stockage a légèrement diminué passant de 9 200 à 8 700. Quant à l'amélioration de notre équipement, il devrait se poursuivre à la faveur des efforts engagés pour améliorer la qualité des céréales mises sur le marché.

SUMMARY

CONSEQUENCES OF THE DEVELOPMENT OF CORN CULTURE UPON STORAGE EQUIPMENT

The consequences are analysed concerning the following items :

— Grain collecting organism ;
— Organization of collecting ;
— Elevator design ;
— Elevator equipment ;
— Management of the firm.

Consequences on the collecting firm

— Increase of the economical size upon specialized staff ;
— Engaging and technical skill of the staff.

Consequences on the organization of farmer's deliveries collection

— Concentration of the network of country elevators ;
— Selection of new elevators locations, in connection with environment : noise, dust.

Consequences on the design of elevators

— General draft : addition of a drying plant, previsions for further enlargements ;
— Selection of storage bins capacity : limits to the increase of unit capacities ;
— Selection of storage height in connection with ventilation system.

Consequences on elevators equipment

— As a function of grains moisture content ;
— In connection with breakage risks with dry grains ;
— Storage ventilation ;
— Noise prevention ;
— Dust prevention ;
— Electrical fittings.

Consequences on the management of the firm

— Problems of electricity tariffing and consumption.

ZUSAMMENFASSUNG

AUSWIRKUNG DER ENTWICKLUNG DES MAISBAUS AUF DIE GETREIDEAUSRUSTÜNG

Die Analyse der Auswirkungen wurde in folgenden Gebieten durchgeführt :

— Erfassungsstellen ;
— Organisation der Erfassung ;
— Silogestaltung ;
— Siloausrüstung ;
— Betriebswirtschaftlichkeit.

Auswirkungen auf das Ernteunternehmen

— Wirtschaftliche Ausdehnung auf die Facharbeiter ;
— Einstellen und Anlernen der Arbeitskräfte.

Auswirkungen auf die Organisation der Erfassung

— Konzentrierung des Silonetzes für die Erfassung ;
— Auswahl des Baus für neue Silos (Umwelt : Lärm, Staub).

Auswirkungen auf die Silogestaltung

— Massenplan : Anbau einer Trocknungsanlage, Voraussicht der Vergrösserungsmöglichkeiten ;
— Auswahl der Zellengrössen : Grenzen der Kapazität ;
— Auswahl der Lagerungshöhe in Verbindung mit Belüftung.

Auswirkungen auf die Siloausrüstung

— in Verbindung mit der Feuchtigkeit des angelieferten Korns ;
— in Verbindung mit dem Bruch-Risiko der getrochneten Körner ;
— Lagerungsbelüftung ;
— Lärmbekämpfung ;
— Staubbekämpfung ;
— elektrische Ausrüstung.

Auswirkungen auf die Betriebsökonomie

— Probleme der Tarifaufstellung mit der E. D. F. (1) und des Stromverbrauchs.

(1) Electricité de France.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (4), 891-901.

PREDICTING FARMERS' OWNERSHIP OF GRAIN DRYERS

L. D. HILL and K. W. LEE

University of Illinois, Department of agricultural Economics,
415, Mumford Hall, Urbana,
Illinois 61801 (U. S. A.)

SUMMARY

Whether grain should be dried by the grain producer or somewhere in the marketing channel is a question of economic importance to the farmer, managers of marketing firms, and manufacturers of grain drying equipment. The location of drying and storage affects the capital requirements and profits of producers, the profitability and organization of marketing firms, and the equipement design and sales potential for manufacturers of grain dryers. The basic economic determinants of the choice between on-farm and off-farm drying are essentially the same regardless of the geographical area. The cost of drying on-farm relative to drying at an elevator depends on economies of scale in drying, size and organization of the farm enterprises, the quality of the services offered at the elevator, and the marketing pattern of the farmer. In addition, the purchase of a farm dryer is influenced by the age and education of the farmer, the tenancy arrangements on the farm, and level of technological advancement. The relationships among these variables have been quantified through a statistical technique called multi-variate probit using data collected from farmers in Illinois. The study is currently being extended to a 3-state sample of farmers to generalize the results across geographical regions where type of farming and ethnic background of farmers exhibit significant differences. The results of this study should provide a better understanding of the type and size of dryers desired by farmers and the factors that influence their decision to purchase.

INTRODUCTION

In the United States corn industry where producers and marketing firms have flexibility to adjust prices and quantities in response to profit opportunities and competitive pressures, there should be a general trend toward the lowest cost method of drying corn. A comparison of the cost of drying at the farm with the cost of drying at the elevator indicates that larger equipment and more hours of operation per season provide the elevator with a cost advantage over all but the largest of farm drying systems. In this economic environment, theory would predict a general trend toward drying high moisture corn at the elevator.

However, data for the corn belt states over the past 10 years show that the volume of corn dried on-farm has increased more rapidly than the volume at the

elevator (fig. 1). At present, there are more bushels of corn dried on the farm than in elevator dryers. This apparent contradiction of economic theory need not reflect irrational behavior by farmers. There are many factors that indirectly affect the profitability of the alternative ways of drying grain-budgeted costs of investment and operation are only part of this complex picture.

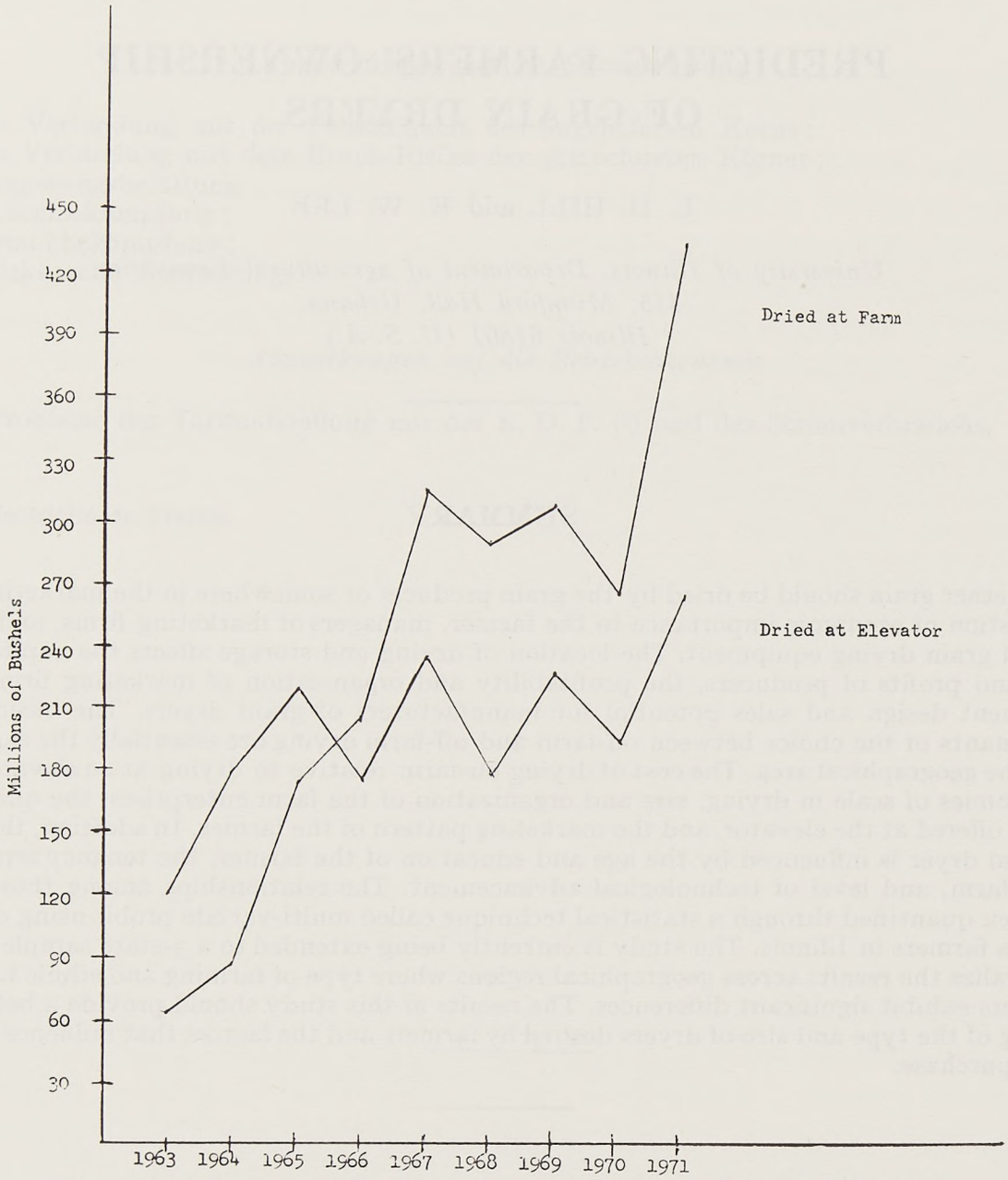


FIG. 1. — *Trends in on-farm and off-farm drying in Illinois, 1963-1971*

The purpose of the research reported in this paper was to identify the factors that influence a farmers' decision to purchase a dryer and to estimate relationships that would explain past behavior and predict future purchases of dryers by farmers. Data from Illinois were used for a detailed analysis using several equations and models. Additional data were collected from Iowa, Indiana and Missouri for a comparison of the causal factors among geographical regions using a single equation (1).

(1) Data for Illinois were obtained for a period of several years from a permanent panel maintained by the Farm Research Institute of Urbana, Illinois. The same source was used for data for Iowa and Indiana for 1971 only. Data for Missouri were obtained from a mail survey of farmers obtained through the Department of Agricultural Economics, University of Missouri Columbia, Missouri.

TABLE I

Probit estimates from equations analyzing ownership, purchases and intentions to purchase grain dryers by Illinois farmers (1)

	Model 1	Model 2					Model 3
	Equation 1	Equation 2	Equation 3	Equation 4	Equation 5	Equation 6	Equation 7
1. Constant term	— 1.823**	— 1.28**	— 2.34**	— 1.28*	— 0.982**	— 2.59**	— 0.79
2. Farm size	0.002 3	0.000 7	0.001	0.004**	0.004**	0.000 3**	0.002**
3. Farm type	0.828	0.07	— 6.55	0.617	0.793**	0.476	0.284
4. Percent of corn field shelled	0.021 5	0.007**	0.002	— 0.006	0.01**	0.009 9**	0.003
5. Tenancy	— 0.128	0.12	0.893*	— 0.456	— 0.306*	....	— 0.33
6. Shelled corn storage capacity	....	....	....	....	....	....	0.000 6
7. Percent of corn sold at harvest	— 0.013 6**	— 0.01*	0.004	0.002	— 0.009**	....	0.003
8. Operator's age	— 0.143	— 0.169	— 0.153	— 0.166	— 0.156	— 0.058	— 0.253**
9. Elevator drying charges	....	....	....	....	....	....	....
10. Dryer ownership in 1967	....	....	....	....	....	2.63**	0.135
11. Change in percent of corn field shelled	....	....	....	....	....	0.009**	....
12. 1967 intention to purchase a dryer	....	....	....	....	....	0.816**	....
13. Dependent variable	Y^{O}_{70}	Y^{P}_{68}	Y^{P}_{69}	Y^{P}_{70}	Y^{P}_{67-70}	Y^{P}_{68-70}	Y^{I}_{70}

(1) Observation on the explanatory variables for equations 1-4 were reported for 1967. For equations 5 and 6, the variables of farm size, dryer ownership and intentions used 1967 data ; the other explanatory variables contained 1970 data. Observations on the explanatory variables for equation 6 were reported for 1970.

** indicates the coefficient is significant at the 1 percent level ; * indicates significance at the 5 percent level.

(2) The dependent variables are identified as follows : the three variables of dryer ownership, purchases of a dryer and intentions to purchase a dryer are represented by the superscripts of O, P and I respectively. The numerical subscripts identify the years for which observations on the dependent variable were obtained.

THE ANALYTICAL MODEL FOR ILLINOIS

Three basic models were employed in the analysis. Model 1 relates the present ownership of a dryer to present farm characteristics such as size of farm and percentage of corn that is harvested by field shelling. This model does not show pure causality for the present farm characteristics may be quite different from the characteristics at the time the dryer was purchased.

Model 2 focuses on causality by identifying the year in which the dryer was purchased and relating the purchase to farm characteristics of the same or previous years. For example, a dryer purchased in 1970 was related to farm size in 1967. The actual number of years that each variable was lagged was determined by economic logic and by experimentation with different equations and time periods.

Model 3 was used to explain the farmers' decision process by analyzing the relationship between intentions to purchase a dryer and actual purchases.

Due to the dichotomous nature of the dependent variable in these models, regression techniques were not satisfactory for an analysis of the relationships. The use of multivariate probit analysis avoided the inherent limitations of regression in models where the dependent variable is dichotomous (1). Probit explicitly incorporates a threshold concept into the decision model. The estimated probit coefficients ($\widehat{B}_i$) for the general form $\widehat{I}_i = \widehat{B}_1X_1 + \widehat{B}_2X_2 + \ldots + \widehat{B}_mX_m$ are shown in table 1. These coefficients provide insights into the motivation behind the use of on-farm drying, thereby improving the predictability of dryer sales.

EXPLANATION OF FARM DRYER OWNERSHIP

An explanation of the purchase decision of farmers requires an analysis of the coefficients and the statistical significance of several variables in addition to the direct costs on grain drying. The economic and statistical relationships are discussed below for each of the independent variables using Illinois data in the probit models.

Percent of corn field shelled

Behind the expansion of corn drying lies the basic change from ear corn pickers to corn combines and picker-shellers. The importance of this variable in explaining dryer ownership (equation 1) is in the quantity of wet shelled corn that requires drying. It is consistently important in all three models of table 1. Since field shelling creates the immediate problem of disposing of high moisture corn, the two decisions must be closely coordinated and no lag effect is evident in equations 2, 3 and 4.

(1) A description and explanation of the probit model and its properties can be found in KAU and L. HILL, « A threshold model of purchasing decisions », *J. Marketing Res.*, (9), 264-270, August 1972.

Size of corn enterprise

Economies of seale suggest that some minimum corn volume is necessary to justify the purchase of a farm dryer. This minimum varies with the other characteristics of the farm and the operator but it is a basic factor in explaining dryer ownership as indicated by equation 1. In terms of causality, there appears to be a strong lag effect and the size of the coefficient and the significance level increased as the time span between farm size and year of purchase was increased ($\widehat{B}_i = 0.0007$-0.001 and 0.004 in equations 2, 3 and 4 respectively). Intentions to purchase are also influenced by farm size as shown by the significant coefficient in equation 7.

Age and education

Both age and education are important variables in the decision process. Due to the high correlation between these two variables, only age was entered in the equations. Younger farmers tend to be more flexible in their decisions, adopt new ideas and technologies more rapidly and due to anticipated life span will anticipate a longer pay-out period for investments. This variable was significant in the intentions model (equation 1), but there was no observable lag effect.

Type of farm

The relationship between farm type and dryer ownership was examined using a 0-1 variable, with all farms having more than 500 hogs coded as 1 and all other farms coded as 0. Although this variable was significant in explaining present ownership of a dryer (model 1), it was not significant in explaining purchases since 1968 — regardless of the time lag introduced. Furthermore, this variable was not significant in the equation for 1970 concerning the intent to purchase such equipment. A partial explanation could be relative stability of farm type during the three-year period : only 13 of the 571 farms in the sample changed from the « 0 » to the « 1 » category between 1967 and 1970.

Storage capacity for shelled corn

Drying and storage capacity are closely related because the maximum benefit of either requires access to the other. In the case of bin type dryers, storage is an integral part of the dryer. They are not simultaneous decisions however, as indicated by the fact that 53 p. 100 of the farmers owning shelled corn storage did not have a dryer. Although storage capacity was a significant variable in explaining dryer ownership, neither the size of the coefficient nor the level of significance was increased in the lagged equations. The lack of significance for storage in the intentions model also indicates that the availability of storage is not a principal cause of the purchase of a dryer. The analysis suggests that storage capacity and a dryer are often purchased simultaneously, but storage is not a determining factor in the decision to purchase. Because of the high intercorrelation with other variables and the problem of joint decisions, storage was omitted as a variable from all but equation 7 in table 1.

Percent of corn sold at harvest

The intended use or disposition of wet shelled corn is a basic factor in designing the system for handling the harvest. If the grain is to be sold at harvest, no storage of dryer capacity is needed. Grain that is to be fed or stored for later sale may be dried on or off the farm. So, the decision to sell a high proportion of the harvest as it comes from the field is closely tied to the drying decision. It may be considered as a cause or as an effect of the purchase of a dryer.

Model 1 shows that the percentage of corn sold at harvest in 1967 is significantly correlated with dryer purchases during or before 1970. Equations 2, 3 and 4 show a decreasing significance level as the variable is lagged. When both storage capacity and the percentage of corn sold at harvest were included as variables, the percentage sold was no longer significant, indicating that on-farm storage and sales at harvest are opposite sides of the same coin. The variable was not significant in explaining intentions to purchase (equation 7). Thus, the percentage of corn sold at harvest appears to be highly correlated with the drying-storage decision, but it is not an explanatory factor in that decision.

Drying charges at the elevator

It was suggested in the introduction to this paper that drying charges at the elevator provide a basis for farmers to compare the costs of on-farm and off-farm drying. However, drying charges was not a significant variable in any of the equations. It appears that within the present range of drying charges in Illinois (1/2 to 1 1/2 cents per bushel percentage point of moisture removed) farm costs are quite comparable with elevator charges. Consequently the factors of farm size, operator's age, and percentage of corn field shelled become the primary decision criteria. This is supported by the respondents' answers to the question « If you now own a dryer, what factors were important in the decision to purchase? » Thirty-four percent said convenience. Twelve percent reported that drying charges influenced their decision. Thus, « price » is relagated to a minor role in the decision process.

Intentions to purchase

Stated intention to purchase a dryer does not guarantee a sale because many of the farmers who report plans to purchase never complete the transaction. However, when the intentions report obtained in 1967 was included as a variable in the 1968-1970 purchases equation, the results (equation 6) show intentions to be a significant variable in explaining purchases.

GEOGRAPHICAL COMPARISONS

The general applicability of the explanatory model over diverse geographical regions was tested by comparing the coefficients using 1971 data for the states of Iowa, Indiana, Missouri and Illinois. The manner in which the data were collected

made it necessary to alter the definition of some of the variables but the general model is the same as for the 1970 Illinois equation.

Similarity among States

Coefficients for three of the variables in table 2 are consistent in sign, magnitude and statistical significance for all four states. Farm size, measured by acres of corn harvested as shelled corn, reflects the lower costs of drying as the volume of corn increases.

TABLE 2

A four-state comparison of variables associated with dryer ownership using probit

Variable Description	State			
	Illinois	Indiana	Missouri	Iowa
Acres of corn field shelled	0.010**	0.011**	0.003**	0.007 3**
Percent of corn sold at harvest	— 0.021**	— 0.013**	— 0.008**	— 0.007 6**
Bushels of corn fed to livestock	— 0.001	— 0.004**	0.001	— 0.001 0
Tenancy (0 = owner, 1 = renter)	— 0.061	0.057	— 0.044	0.071 5
Age of operator	0.001	0.005	— 0.011*	— 0.008 6*
Index of elevator services	2.569**	2.307**	2.122**	2.157 9**
Membership in major farm organization (0 = no, 1 = yes)	0.101	0.046	0.401**	0.181 8*
Number of hogs on farm	0.000 6**	0.000 8**	0.000 4	0.000 5**
Number of cattle on farm	— 0.002 1**	0.000 1	0.000 02	— 0.000 7*

** Indicate the coefficient is statistically different from zero at the 1 p. 100 level.
* Indicate the coefficient is statistically different from zero at the 10 p. 100 level.

The percent of corn sold at harvest was the second variable with similar coefficients for all states. As previously discussed, this variable tends to be a joint decision with dryer purchases. It indicates the close relationship between a farmer's marketing program and his use of a dryer,

The 1971 survey asked each farmer to evaluate the services provided by his local elevator. A weighting system was developed to combine several evaluation factors into a single index. As shown in table 2, this variable had a significant positive coefficient in all four states, implying a lower probability of ownership where the quality of elevator service is higher.

A fourth variable, number of hogs fed, had a coefficient that was statistically significant at the 1 p. 100 level for Iowa, Illinois and Indiana and at the 5 p. 100 level for Missouri.

The variable of tenancy was not significantly different from zero for any of the states despite a different pattern of leasing and ownership among the four states. Tenancy apparently does not influence the ownership of a dryer. However the use

TABLE 3

Characteristics of panel respondents by intentions to purchase and purchases of grain dryers, 1967-1970

Stated intentions in 1967	Actual purchase between 1967 and 1970	p. 100 of intentions in each purchase group	p. 100 field shelled		Average acreage of corn		p. 100 owning dryer 1967
			1967	1970	1967	1970	
Will buy a dryer by 1970	dryer purchased	33	73	93	226	219	55
Will buy a dryer by 1970	no dryer purchased	67	72	82	157	156	53
Uncertain	dryer purchased	6	63	95	170	175	54
Uncertain	no dryer purchased	94	50	58	134	119	24
Will not buy	dryer purchased	15	55	87	150	141	56
Will not buy	no dryer purchased	85	45	55	108	102	17

of a multiple discriminant function to group farmers according to the type of dryer owned did show tenant farmers to be more likely to own readily portable units such as batch dryers.

Differences among States

One of the objectives of the analysis across geographical regions was to identify basic differences that could not be explained by the characteristics of the farms in each state. These differences are evident only in the two variables of membership in a farm organization and the number of cattle on feed. Differences among states in the objectives of the farm organization and their program of selling grain dryers may be an explanation of the first variable. Differences in feeding practices among geographical regions is a possible explanation of differences in the statistical significance of the variable of cattle on feed.

Comparability of purchase intentions

Intention reports are frequently used to predict sales potential. The weakness of this technique is indicated by table 3 comparing 1967 stated intention with purchases in 1968, 1969, 1970, using only Illinois data.

Only 1/3 of the respondents followed through on their stated plans to purchase a dryer and 15 p. 100, who in 1967 did not intend to buy a dryer, had purchased one by 1970. Explanation of the inconsistencies is partly explained by changes in the farming operation. For example, the largest increase in the percent of corn field shelled occurred for the group who purchased a dryer despite stated intentions not to buy one. There was also a significant difference in the percentage of farmers already owning a dryer between the various groups.

TABLE 4

Comparison of purchase intentions model for Illinois, Indiana, Missouri and Iowa

Variable	State			
	Illinois	Indiana	Missouri	Iowa
Acres of corn field shelled	0.026**	0.016 1**	— 0.001 6	0.008 8
Percent of corn sold at harvest	— 0.014 9	0.004 8	0.020 3	0.070*
Bushels of corn fed to livestock	0.005 6	0.005 6	0.030 7*	0.040*
Tenancy (0 = owner, 1 = renter)	3.965	2.132	6.778*	4.442*
Age of operator	— 0.359**	— 0.573**	— 0.373**	— 0.291**
Index of elevator services	14.539	11.51	37.033*	9.681
Membership in major farm organization (0 = no, 1 = yes)	— 1.692	0.911	3.711	0.531
Number of hogs on farm	— 0.005 6	0.005 4*	— 0.004	0.001 4
Number of cattle on farm	0.001 48	— 0.000 53	0.001	— 0.011

** Indicates coefficient is statistically different from zero at the 1 p. 100 level.
* Indicates coefficient is statistically different from zero at the 10 p. 100 level.

In the 1971 survey of four states, respondents were asked to estimate the probability that they would purchase a dryer. Ordinary least squares regression was used to analyze the answers and identify factors influencing farmers' decisions to purchase independently of their ability to have a dryer installed. The results of table 4 show that age is the only variable that is consistent for all four states. The volume of shelled corn is significant for Illinois and Indiana but not for Missouri nor Iowa. A possible explanation is that the size of the coefficient and its significance depends on the relative position of the observations with respect to the sigmoid curve, which we assume represents the relationship between the set of independent variables and the intention to buy. The average farm size of respondents supports this, since Indiana and Illinois are in the middle of the responsive segment of the curve with average acreage of 97 and 101 respectively. Missouri lies at the upper flat section of the curve with farm size of 131 acres. Iowa (because of a lower percent of corn field shelled) lies in the lower section of the curve with an average of 75 acres.

CONCLUSIONS

In addition to the general explanatory value of the preceeding analysis, there are two specific ways in which the coefficients derived from the Probit models may be used. The first is to estimate the probability that a given farmer or class of farmers will buy a dryer. Using the equation $\hat{I} = b_1x_1 + b_2x_2 + \ldots + b_mx_m$, the values of the coefficients shown in model 1, and the values of the independent variables appropriate for the farm, $\hat{I}_i$ can be calculated for any particular farm. Probability can be read directly from the standard normal distribution table using the calculated value of $\hat{I}_i$.

The second specific use of the results of this study is in the projection of sales potential as the basic characteristics of farms in a region change over time. Again using the probability tables and the appropriate equations, the effect of changes in farm type, in volume of shelled corn, in age distribution etc., can be translated into percent of farmers owning dryers. A comparison of such estimates with the current situation provides an indication of the potential increase in the number of dryers.

RÉSUMÉ

FACTEURS ÉCONOMIQUES DÉTERMINANT L'ACHAT DE SÉCHOIRS A GRAINS PAR LES AGRICULTEURS

Que le grain soit séché par le producteur ou en un point quelconque du circuit de vente, cette opération représente une question importante sur le plan économique pour l'agriculteur, l'entreprise commerciale et le fabricant de matériel de séchage.

L'implantation d'une installation de séchage et de stockage affecte les besoins en capitaux et les bénéfices des producteurs, la rentabilité et l'organisation des entreprises commerciales, et le potentiel de construction et de vente des fabricants de séchoirs.

Les facteurs économiques essentiels qui influent sur le choix entre le séchage à la ferme et le séchage à l'extérieur sont sensiblement les mêmes quelle que soit la zone géographique. Le prix de revient du séchage à la ferme par rapport au séchage par une entreprise extérieure dépend de l'importance du travail à réaliser, de la dimension et de l'organisation de l'exploitation agricole, de la qualité des services offerts par l'entreprise de séchage et de l'esprit commercial du fermier. De plus, l'acquisition d'un séchoir par une exploitation agricole dépend de l'âge et de la formation de l'agriculteur, des modalités de bail et du niveau technologique de l'exploitation.

Les relations entre ces divers facteurs ont été déterminés à l'aide d'une méthode statistique dite des « multi-variate probits », en utilisant des chiffres fournis par des agriculteurs de l'Illinois. On est actuellement en train d'étendre cette étude à un échantillonnage d'agriculteurs de trois états, afin de généraliser les résultats dans des régions géographiques où existent des différences significatives dans les types d'exploitation et au niveau de l'origine ethnique des agriculteurs. Les résultats de cette étude devraient permettre une meilleure compréhension du type et de la dimension des séchoirs que souhaitent les agriculteurs, ainsi que des facteurs qui interviennent dans leur décision d'acheter.

ZUSAMMENFASSUNG

WIRTSCHAFTE BEWEGGRUNDE DIE DEN ANKAUF VON GETREIDETROCKNER DER LANDWIRTE BEEINFLUSSEN

Ob Getreide beim Erzeuger oder in einer anderen Etappe des Vermarktungsprozesses getrocknet wird, ist eine wichtige wirtschaftliche Frage für den Landwirt, die Geschäftsführer von Marketingunternehmen und den Hersteller von Trocknungsanlagen. Der Aufbau einer Trocknungs — und Lagerungsanlage beeinflusst den Kapitalbe — darf und den Gewinn des Erzeugers, die Wirtschaftlichkeit und die Organisation der Marketingunternehmen, die Bauprojekte und das Verkaufspotential der Hersteller von Getreidetrocknern. Die wirtschaftlichen Beweggründe der Wahl zwischen der Trcoknung inoder ausserhalb des Hofes sind im wesentlichen dieselben, ungeachtet der geographischen Zonen. Die Trocknungskosten auf dem Hof im Vergleich zur Trocknung im Elevator, hängt von der zu leistenden Arbeit, von der Grösse und der Organisation des landwirtschaftlichen Betriebes, von der Qualität des verfügbaren Elevators, und vom Marketingsystem des Landwirtes ab.

Zusätzlich ist die Anschaffung einer Trocknungsanlage vom Alter und der Fachausbildung des Landwirtes, von den Pachtbestimmungen und den technischen Ausrüstungen des Betriebs abhängig.

Das Verhältnis zwischen all diesen Faktoren wurde mit Hilfe des « multi-variate probit » — Verfahrens auf Grund der gesammelten Angaben in Illinois, U. S. A, bestimmt. Die Forschung wird auf 3 weitere Staaten ausgedehnt, um die Ergebnisse in geographisch verschiedenen Zonen, wo verschiedene Betriebstypen mit Landwirten unterschiedlicher Ethnologie existieren, zu verallgemeinern.

Die Ergebnisse dieser Studie sollten dazu beitragen, die Wünsche der Landwirte in bezug auf den Typ und die Grösse von Trocknern wie auch die Beweggründe die den Kauf solcher Anlagen motivieren besser zu verstehen.

Ann. Technol. agric., 1973, **22** (4), 903-904.

ALLOCUTION

de M. CORBETT
F. A. O., Rome (Italy)

Mr. Chairman, I am honoured by the invitation to bring this symposium to a close by trying to summarise the week's proceedings. It is a difficult task, mainly because of the wealth of material with which we have been presented and which we have discussed. The papers covered all aspects of the preservation of wet harvested grains, but my impression is that the dominant theme has been the problem of how to deal with the increasing amounts of shelled maize that are harvested at high moisture content in a short time.

The ten papers and fifty-three communications presented fell into a number of groups. First, a group on the effect on grains of harvesting conditions, both natural — weather conditions — and man-made — the effects of harvesting and handling machinery. Then, four groups on different approaches to the major problem I have mentioned : drying, low-oxygen storage, cooling by aeration and treatment by organic acids.

The drying papers were dominated by four contributions from the U. S. A., which reflected the vast amount of work on both theory and practice which has been done there. One particular paper on the application of computer techniques to the design of driers was, I think, most exciting. We can hope to see, in Europe as well as the U. S. A., new driers designed in this way which will be more efficient and economic than present models.

The second approach — providing a low-oxygen storage atmosphere — generated much discussion. Airtight storage itself has now a fairly long history and has been studied extensively, but the new developments reported in the use of inert gases (nitrogen and carbon dioxide) open further interesting possibilities.

Less attention was given to the cooling of grain by aeration. The paper reporting irish work on cooling with ambient air was most interesting. I was disappointed that the one from Yugoslavia on aeration with refrigerated air was not given, since this method offers possibilities in hot climates in developing countries.

The final method — treatment with organic acids — was covered admirably in no less than twelve contributions, bringing together perhaps for the first time the results of so many workers on the subject.

Then, there were groups of papers dealing with biochemical changes of grain in

storage, the microbiological aspects, insect infestation and the effects of drying and storage on grain quality.

Finally, I want to refer to a small group of papers from developing countries — from India, the Philippines and Mexico. It is unfortunate that the authors of these papers were not able to present them in person and particularly that the paper from Mexico did not arrive. It was to deal with the use of organic acid for preserving maize for human food, which is the main use for maize in developing countries. I was glad to sense a strong interest among participants in the problems of preserving grain in developing countries and hope that this interest will express itself in a readiness to help solve these problems.

Turning from the formal aspects of the symposium, I should mention the most interesting visit that was arranged to the Machinery Salon, where we were able to see the extensive range of french equipment for drying, storing and handling grain. The social events of the symposium were equally well arranged and appreciated. On behalf of all the participants, I would like to thank the Ministry of Agriculture, the Organizing Committee and all those who helped to make this a most successful symposium.

TABLE DES MATIÈRES DE L'ANNÉE 1973

C. Bayonove. — Recherches sur l'arôme de la Pêche. I. — Évolution des constituants volatils au cours de la maturation de la variété *Cardinal* 35

C. Bayonove. — Recherches sur l'aromatisation frauduleuse des Vins Doux Naturels et des mistelles par le coriandre (*Coriandrum sativum* L.) et le sureau (*Sambucus nigra* L.) 153

G. Brule. — Étude des produits volatils du jus et du concentré de pommes chauffés 45

Marie-Claire Camus, J.-C. Laporte. — Teneur en inhibiteurs trypsiques de divers blés durs et tendres 111

S. Dembele, P. Dubois. — Composition des essences d'échalotes (*Allium cepa* L., var. *aggregatum*) 121

C. Divies. — Étude de la production d'acide acétique par *A. mesoxydans* en culture continue en fonction de la teneur initiale en éthanol 91

P. Dubois, A. Parfait, Jocelyne Dekimpe. — Présence de dérivés de l'acroléine dans un rhum à goût anormal 131

G. Dumazert, H. Margulis, F.-R. Montreau. — Évolution des composés phénoliques au cours de la maturation d'un *Vitis vinifera* blanc : le *Mauzac* 137

B. Godon, J. Sarazin. — Signification d'un test de panification à échelle réduite 21

P. Martinière, J. Ribereau-Gayon. — Étude expérimentale de l'influence du chauffage des raisins sur la vinification 1

J. Mourgues, C. Jouret, M. Moutounet. — Détermination du taux d'oxygène dissous et du potentiel oxydo-réducteur des eaux-de-vie d'Armagnac au cours de leur maturation 75

P. Varoquaux, J. Sarris, C. Avisse. — Dosage spectrophotométrique semi-automatique de l'activité lipoxygénasique du pois 59

Symposium international : Paris, 6-10 mars 1973.
Conservation des grains récoltés humides

J. R. Arboleda, A. S. Manalo, A. U. Khan. — Beschleunigte Trocknung von ungeschalten Reis. (Séchage accéléré du riz paddy) 257

F. W. Bakker-Arkema, D. M. Farmer, L. E. Lerew. — Optimum grain dryer design through simulation. (Recherche par simulation programmée de l'optimum de divers paramètres concernant le séchage des grains). 275

M. A. Benezit. — Conséquence du développement de la culture du maïs sur l'équipement céréalier français 877
C. C. Bernier. — Chemical control of fungi and bacteria in stored high-moisture feed grains. (Contrôle par des agents chimiques des moisissures et des bactéries dans les céréales alimentaires stockées à haute teneur en eau) 587
A. P. Bhatnagar. — Engineering approach to grain storage and handling in India. (Génie industriel du stockage et de la manutention du grain en Inde) 291
N. J. Burrell, Z. Kozakiewicz, D. M. Armitage, H. J. Clarke. — Some experiments on the treatment of damp maize with propionic acid. (Traitement du maïs humide par l'acide propionique) 595
C. Calet. — Influence des conditions de récolte, de séchage et de conservation sur la valeur alimentaire des céréales 789
E. Carnovale, G. B. Quaglia. — Effets de la conservation à température et humidité contrôlées sur la composition chimique des produits de mouture du mil 371
C. S. Chen. — Simultaneous heat and mass transfer in convective drying of biological materials. (Transferts simultanés de chaleur et de masse pendant le séchage par convection de matières biologiques) 305
K. Cienska, J. Schneider. — Influence des conditions de conservation sur la capacité germinative des grains de seigle 381
M. Corbett. — Allocution de clôture 903
C. A. de Dios. — El dañado del grano en la cosccha mecanica de maïs (*Zea Mays* L.). (Altération du grain pendant la récolte mécanique du maïs). 211
C. W. Deyoe, C. S. Rao, R. P. Snake. — Preservation of high moisture grain using organic acids. (Conservation des grains de haut degré d'humidité au moyen d'acides organiques) 605
G. Drouineau. — Allocution d'ouverture 179
A. D. Drysdale. — The use of propionic acid for moist grain preservation in Britain. (Utilisation de l'acide propionique pour la conservation de céréales humides en Grande-Bretagne) 615
N. Ekström. — Preservation of moist feed grain by treatment with organic acids. (Conservation par traitement aux acides organiques des grains humides destinés à l'alimentation animale) 621
F. Fink. — Die Bedeutung der Propionsäure in der Konservierung von Feuchtgetreide und anderen Futtermitteln. III. — Technik der Einbringung von Propionsäure bei Feuchtgetreide. (L'importance de l'acide propionique dans la conservation des céréales humides et autres aliments pour animaux. III. — La technique de l'apport de l'acide propionique sur céréales humides) 695
F. Fleurat-Lessard, P. Anglade. — Influence de la teneur en eau des grains stockés sur le développement des populations d'acariens 531
G. H. Foster. — Dryeration : heated air drying and corn quality. (Dryeration : séchage par air chaud et qualité du maïs) 233

J. A. Freeman. — Problems of infestation by insects and mites of cereals stored in western Europe. (Problèmes d'infestation par des insectes et des acariens de céréales stockées en Europe occidentale) 509

H. Gasiorowski. — Veränderungen in feuchtem, luftdicht gelegertem Getreide. (Quelques altérations du blé humide stocké en silos étanches) 719

C. Golumbic. — Potential mycotoxin problems in high moisture grain. (Problèmes des mycotoxines dans les grains à haute humidité) 435

R. Gousse, A. Weil. — Étude de la qualité microbiologique des maïs-grains destinés à l'alimentation animale 389

A. Guilbot. — Avant-propos 171

H. R. Gundu Rao, P. K. Harein. — Dichlorvos as an inhibitor of aflatoxin production in wheat, corn, rice and peanuts. (Le dichlorvos comme inhibiteur de la production d'aflatoxine dans le blé, le maïs, le riz et l'arachide). 477

L. D. Hill, K. W. Lee. — Predicting farmers' ownership of grain dryers. (Facteurs économiques déterminant l'achat de séchoirs à grains par les agriculteurs) 891

H. Honig, E. Zimmer. — Umsetzungen bei Körner-und Maisschrotsilagen unter verschiedenen siliertechnischen Bedingungen. (Réactions des grains et des épis de maïs broyés à diverses conditions techniques d'ensilage). 631

M. B. Hyde. — Storage of grain in airtight silos or under vacuum. (Séchage des grains en silos étanches ou sous vide) 707

E. Kaminski, S. Stawicki, E. Wasowicz, R. Przybylski. — Detection of deterioration of grain by gas chromatography. (Détection des altérations des grains par l'emploi de la chromatographie en phase gazeuse) 401

H. H. Kaufmann. — Kornerbruch durch Getreideförderung. (Cassure du grain à la suite de manutentions) 245

G. L. Kline. — Physical damage to corn (maize) during combine harvesting and heated air drying. (Dommages physiques subis par le maïs au cours de la récolte mécanique et du séchage à l'air chaud) 217

J.-C. Lasseran, Y. Beaux. — Répercussion des conditions de séchage et de stockage du maïs sur sa qualité en industrie amidonnière 807

C. Lelong, J. Moal. — Utilisation du maïs humide traité à l'acide propionique par les bovins et les porcs 641

J. le Du. — Maïs-grain humide conservé sous vide 727

S. K. Majumder, A. D. Ragunathan, J. R. Rangaswamy. — Control of microflora on moist grain. (Contrôle de la microflore des grains humides). 483

J. Maler. — Le problème de la conservation des grains en Tchécoslovaquie. 745

E. Maquet. — Influence des modes de battage en fonction de l'humidité des variétés sur les caractéristiques physiques du maïs-grain destiné à la conservation 185

H. Mitsuda, F, Kawai, M. Suga, A. Yamamoto. — Underwater storage of cereal grains by CEM skin-packaging technique. (Conservation sous l'eau des grains de céréales par la technique de l'emballage sous film plastique CEM) 751

J.-L. Multon, E. Trentesaux. — Évolution de l'activité ribonucléasique du blé au cours d'un choc thermique et pendant le stockage 409
J.-L. Multon, E. Trentesaux, A. Guilbot. — Détermination de l'aptitude des grains à l'utilisation immédiate et au stockage 335
J. Pelhate. — Stabilisation de la mycoflore de maïs-grains humides ensilés 647
M. Perdrix. — Allocution inaugurale 173
N. K. Person, J. W. Sorenson. — The effects of gaseous nitrogen on emergence of immature stages of rice weevils (*Sitophilus oryzae* L.) in cereal grains. (Effets de l'azote gazeux sur la naissance des charançons à partir de leurs stades immatures dans les grains de céréales 541
R. Pion, M. Pawlak. — Influence de l'humidité du grain à la récolte et de la température de séchage sur la valeur nutritive des protéines du blé. 823
J. Poisson, B. Cahagnier. — Traitement du maïs humide par irradiation gamma. Aspects microbiologiques 757
J. Poisson, B. Cahagnier. — Problèmes de la stabilisation de la microflore des grains humides par les acides organiques 567
W. Seibel, D. Weipert. — Einfluss der Lagerung auf die Backeigenschaften von Weizen. (Influence du stockage sur l'aptitude à la panification du blé). 831
J. Shejbal, A. Tonolo, G. Careri. — Conservation of wheat in silos under nitrogen. (Conservation du blé en silos sous azote) 773
G. C. Shove. — Transient air temperature at low flow deshydrates deep beds of grain. (Séchage des grains en couches profondes par ventilation à basse température et faible débit d'air) 313
S. H. Singh-Verma. — Die Bedeutung der Propionsäure in der Konservierung von Feuchtgetreide und anderen Futtermitteln. I. — Aus mikrobiologischer Sicht. (L'importance de l'acide propionique dans la conservation des céréales humides et autres aliments pour animaux. I. — Du point de vue microbiologique) 663
R. N. Sinha. — Ecology of storage. (Écologie du stockage.) 351
H. Slusanschi, H. Filipescu, E. Oproiu, Z. Cseresnyes. — L'activité de la décarboxylase glutamique et de la ribonucléase comme indices de l'influence du séchage artificiel du blé sur ses propriétés germinatives et de panification) 417
C. V. Smith. — Weather and the grain harvest. (Facteurs climatiques et période de récolte) 223
L. W. Smith, D. Pratt, J. J. Pratt. — The effect of *Tribolium* infestations on the baking and taste qualities of bread made from infested hardwheat flour. (Effet d'infestations de *Tribolium* sur les qualités boulangères et le goût du pain provenant de farines de blé dur contaminées) 551
L. Sogn. — Trials with propionic acid as a preservative for fodder barley. (Essai d'utilisation de l'acide propionique comme agent de conservation de l'orge destinée à l'alimentation animale) 675
G. Spichert, D. Weipert. — Untersuchungen über die Auswirkung der Trocknung auf den mikrobiellen Keimgehalt des Getreides. (Étude de l'action du séchage sur la teneur en micro-organismes des céréales) 493

P. A. Spillane. — The influence of storage conditions on the quality characteristics of wheat and barley. (Influence des conditions de conservation sur les qualités du blé et de l'orge) 839
S. Srour. — Mesure des pertes de pression unitaires dues à l'écoulement de l'air au travers de la masse granulaire 319
S. Stawicki, E. Kaminsky, A. Niewiarowicz, M. Trojan, E. Wasowicz. — The effects of microflora on the formation of odors in grain during storage. (Rôle de la microflore dans la formation des odeurs dans les grains de céréales stockées) 449
M.-T. Tollier, A. Guilbot. — Évolution de certains constituants du maïs en fonction de diverses conditions de stockage et de séchage 427
L. A. Trisviatski. — La conservation des grains en U. R. S. S. 871
D. Weipert. — Trocknungsbedingungen in die Verarbeitungseigenschaften von Roggen. (Les conditions de séchage du seigle et les caractéristiques qui en résultent pour la minoterie et la panification 851
P. Williams. — Grain insect control by aeration of farm silos in Australia. (Lutte contre les insectes dans les céréales par aération dans les silos de ferme en Australie) 557
F. Witting. — Die Bedeutung der Propionsäure in der Konservierung von Feuchtgetreide und anderen Futtermitteln. II. Aus ernahrungsphysiologischer Sicht. (L'importance de l'acide propionique dans la conservation des céréales humides et autres aliments pour animaux. II. Du point de vue physiologie de l'alimentation) 685
S. Z. Zelter, G. Charlet-Lery, M. Durand. — Influence du stade de récolte et de la technique de conservation sur l'efficacité nutritive de l'épi entier de maïs pour le taurillon en croissance intensive 861

CONTENTS

C. Bayonove. — Research on the aroma of the peach. I. Evolution of the volatile constituents during maturation of the *Cardinal* variety 35
C. Bayonove. — Research on the fraudulent aromatization of natural sweet wines (french fortified wines) and basis wines by coriander (*Coriandrum sativum* L.) and elder (*Sambucus nigra* L.) 153
G. Brule. — Study of volatile products of heated apple juice and concentrate 45
Marie-Claire Camus, J.-C. Laporte. — Trypsin inhibitors content of various wheats *Triticum durum* and *Triticum vulgare* 111
S. Dembele, P. Dubois. — Composition of shallots (*Allium cepa* L. var. *aggregatum*) essential oils 121
C. Divies. — Study of acetic acid production by *A. mesoxydans* on continuous culture in terms of initial ethanol content 91

P. Dubois, A. Parfait, Jocelyne Dekimpe. — Occurrence of acrolein derivates in an off-flavoured rum 131
G. Dumazert, H. Margulis, F.-R. Montreau. — Evolution of the phenolic compounds during maturation of a white *Vitis vinifera : Mauzac* 137
B. Godon, J. Sarazin. — Significance of a reduced-scale bread-making test .. 21
P. Martinière, J. Ribereau-Gayon. — Experimental study of the effect of heating grapes in wine-making 1
J. Mourgues, C. Jouret, M. Moutounet. — Determination of the rate of dissolved oxygen and redox potential of Armagnac brandies during their maturation 75
P. Varoquaux, J. Sarris, C. Avisse. — Semi-automatic spectrophotometric determination of the lipoxygenasic activity of peas 59

International symposium : Paris, March 6-10, 1973.
Preservation of wet harvested grains

J. R. Arboleda, A. S. Manalo, A. U. Khan. — Accelerated drying of paddy.. 257
F. W. Bakker-Arkema, D. M. Farmer, L. E. Lerew. — Optimum grain dryer design through simulation 275
M. A. Benezit. — Consequences of the development of corn culture upon storage equipment 877
C. C. Bernier. — Chemical control of fungi and bacteria in stored high-moisture feed grains 587
A. P. Bhatnagar. — Engineering approach to grain storage and handling in India 291
N. J. Burrell, Z. Kozakiewicz, A. M. Armitage, J. H. Clarke. — Some experiments on the treatment of damp maize with propionic acid 595
C. Calet. — Influence of harvesting, drying and storage conditions on the nutritive value of cereals 789
E. Carnovale, G. B. Quaglia. — Influence of temperature and moisture controled preservation on the chemical composition of milling products from millet 371
C. S. Chen. — Simultaneous heat and mass transfer in convective drying of biological materials 305
K. Cienska, J. Schneider. — Effect of storage conditions on conservation of rye seed germination capacity 381
M. Corbett. — Closing address 903
C. A. De Dios. — Kernel damage in mechanical maize harvesting 211
C. W. Deyoe, C. S. Rao, R. P. Snake. — Preservation of high moisture grain using organic acids 605
G. Drouineau. — Opening address 179
A. D. Drysdale. — The use of propionic acid for moist grain preservation in Britain 615
N. Ekström. — Preservation of moist feed grain by treatment with organic acids 621

F. Fink. — The importance of propionic acid in the preservation of wet harvested grains and other feedstuffs. II. Nutritional physiology 695

F. Fleurat-Lessard, P. Anglade. — Influence of the moisture content of stored rape-seeds on the development of populations of mites 531

G. H. Foster. — Dryeration : heated air drying and corn quality 233

J. A. Freeman. — Problems of infestation by insects and mites of cereals stored in western Europe 509

H. Gasiorowski. — Some changes in damp wheat stored hermetically 719

C. Golumbic. — Potential mycotoxin problems in high moisture grain 435

R. Gousse, A. Weil. — Study of maize-grains microbiological quality for animal feeding 389

A. Guilbot. — Foreword 171

H. R. Gundu Rao, P. K. Harein. — Dichlorovs as an inhibitor of aflatoxin production in wheat, corn, rice and peanuts 477

L. D. Hill, K. W. Lee. — Predicting farmers' ownership of grain dryers..... 891

H. Honig, E. Zimmer. — Reactions of ground corn grains and corn ears under various ensilaging conditions 631

M. B. Hyde. — Storage of grain in airtight silos or under vacuum 707

E. Kaminsky, S. Stawicki, E. Wasowicz, R. Przybylski. — Detection of deterioration of grain by gas chromato graphy 401

H. H. Kaufmann. — Handling and resulting grain breakage..... 245

G. L. Kline. — Physical damage to corn (maize) during combine harvesting and heated air drying 217

J.-C. Lasseran, Y. Beaux. — Influence of drying and storage conditions of maize on its quality for starch industry 807

C. Lelong, J. Moal. — Utilization of propionic acid treated wet corn for bovine cattle and pigs 641

J. Le Du. — Preservation of wet corn grain under vacuum 727

S. K. Majumder, A. N. Ragunathan, J. R. Rangaswamy. — Control of microflora on moist grain 483

J. Maler. — Problems of moist grain preservation in Czechoslovakia 745

E. Maquet. — Influence of thrashing techniques, as a function of moisture content and varieties, upon physical characteristics of corn grains devoted to storage 185

H. Mitsuda, F. Kawai, M. Kuga, A. Yamamoto. — Underwater storage of cereal grains by CEM skin-packaging technique..... 751

J.-L. Multon, E. Trenteseaux. — Evolution of the ribonuclease activity of wheat submitted to heat and during storage 409

J.-L. Multon, E. Trenteseaux, A. Guilbot. — Determination of grain fitness for present utilization and for storage 335

J. Pelhate. — Control of stored wet grains mycoflora 647

M. Perdrix. — Opening address 173

N. K. Person, J. W. Sorenson. — The effects of gazeous nitrogen on emergence of immature stages of rice weevils (*Sitophilus oryzae* L.) in cereal grains 541
R. Pion, M. Pawlak. — Influence of grain moisture content at harvest time and of drying temperature on nutritive value of wheat proteins..... 823
J. Poisson, B. Cahagnier. — Gamma-irradiation of wet corn. Microbiological aspects 757
J. Poisson, B. Cahagnier. — Problems of stabilization of the microflora of wet harvested grains by organic acids 567
W. Seibel, D. Weipert. — Storage of wheat and baking strength 831
J. Shejbal, A. Tonolo, G. Careri. — Conservation of wheat in silos under nitrogen 773
G. C. Shove. — Transient air temperature at low flow deshydrates deep beds of grain 313
S. H. Singh-Verma. — The importance of propionic acid in the preservation of wet harvested grains and other feedstuffs. I. Microbiology 663
R. N. Sinha. — Ecology of storage 351
H. Slusanschi, H. Filipescu, E. Oproiu, Z. Cseresnyes. — Glutamic decarboxylase and ribonuclease activities as indicators of the influence of artificial drying of wheat on its germination and baking properties 417
C. V. Smith. — Weather and the grain harvest..... 223
L. W. Smith, D. Pratt, J. J. Pratt. — The effect of *Tribolium* infestations on the baking and taste qualities of bread made from infested hardwheat flour 551
L. Sogn. — Trials with propionic acid as a preservative for fodder barley 675
G. Spichert, D. Weipert. — A study of the action of drying on the microorganisms content of cereals 493
P. A. Spillane. — The influence of storage conditions on the quality charateristics of wheat and barley 839
S. Srour. — Measurement of the pressure losses due to unidimensional airflow through the grains 319
S. Stawicki, E. Kaminski, A. Niewiarowicz, M. Trojan, D. Wasowicz. — The effects of microflora on the formation of odors in grain during storage. 449
M.-T. Tollier, A. Guilbot. — Characteristics of the carbohydrate composition of the maize kernel. 427
L. A. Trisviatski. — Grain preservation in SSSR 871
D. Weipert. — Milling and baking properties of rye according to drying conditions 851
P. Williams. — Grain insect control by aeration of farm silos in Australia 557
F. Witting. — The importance of propionic acid in the preservation of wet harvested grains and other feedstuffs. II. Nutritional physiology 685
S. Z. Zelter, G. Charlet-Lery, M. Durand. — Comparative incidence of preservation by silage and by drying of mature and immature corn ears upon their nutritive value for bull-calves 861